ENTWICKLUNG EINES RÖNTGEN-SICHT-SYSTEMS FÜR DIE FEINSTRAHLTECHNIK UND PROFILANALYSE UND SEINE ANWENDUNGEN IN DER KRISTALLOGRAPHIE

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

am

Fachbereich Chemie

der

Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Peter Denzer

aus Berlin

1970

ENTWICKLUNG EINES RÖNTGEN-SICHT-SYSTEMS

FÜR DIE FEINSTRAHLTECHNIK UND PROFILANALYSE

UND SEINE ANWENDUNGEN IN DER KRISTALLOGRAPHIE

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

am

Fachbereich Chemie

der

Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Peter Denzer

aus Berlin

Tag der mündlichen Prüfung: 15. 12. 197o

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

1. Referent: Prof. Dr. R. Hosemann

2. Referent: Prof. Dr. H. Bradaczek

Inhaltsverzeichnis

		Seite
1.	Einleitung	1
2.	Röntgen-Sicht-Systeme	2
2.1	Röntgen-Sicht-Systeme in der Kristallographie	2
2.2	Sicht-Systeme für Justierzwecke	8
3.	Die Aufnahmeeinrichtung	1o
3.1	Der Detektor	1o
3.2	Die Abtasteinrichtung	1o
3.2.1	Der Antriebmotor	13
4.	Der elektronische Teil des Systems	15
4.1	Die Baugruppen des elektronischen Teils	18
4.2	Der elektronische Speicher	2o
5.	Anwendungen des Sicht-Systems	24
5.1	Justieren einer Kleinwinkelkammer nach KIESSIG	25
5.2	Justieren eines Monochromators	29
5.3	Darstellung von Weitwinkelreflexen	33
5.3.1	Flachkammer-Anordnung	33
5.3.2	Goniometer-Anordnung	35
6.	Ausbaumöglichkeiten für das System	37
7.	Zusammenfassung	39
	Anhang Entwicklungstendenzen bei Festkörper-Aufnahme-einrichtungen	41
	Literaturverzeichnis	44

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546511_0016

1. Einleitung

Bei der Anwendung von Röntgenstrahlen, etwa in der Medizin, der Materialuntersuchung oder der Kristallographie, muß in vielen Fällen die Intensitätsverteilung innerhalb eines Röntgenstrahlbündels sichtbar gemacht oder gemessen werden.

So ist beispielsweise bei Justierarbeiten an Röntgenapparaturen für kristallographische Untersuchungen (Röntgenkameras, Diffraktometer, Monochromatoren u.ä.) die Änderung der Geometrie oder der Intensität von Strahlquerschnitten zu überprüfen. Dafür stehen als Hilfsmittel zur Verfügung:

(1) photographische Schichten
(2) Leuchtschirme
(3) elektronische Systeme (Röntgen-Sicht-Systeme)

Der bisher allgemein übliche Einsatz von (1) und (2) weist eine Reihe von Nachteilen auf:

zu (1): Hier stört die beim photographischen Prozeß auftretende Verarbeitungszeit.

zu (2): a) Die direkte Leuchtschirmbeobachtung ist meist mit einer Strahlengefährdung des Beobachters verbunden.
b) Bei geringer Leuchtdichte des Bildes ist eine Abdunkelung des Arbeitsraumes erforderlich.
c) Die Abmessungen der an Feinstrukturapparaturen vorkommenden Strahlquerschnitte liegen in der Größenordnung von etwa o,1 bis 1o mm; daher sind im Leuchtschirmbild bei Betrachtung mit bloßem Auge kaum Einzelheiten erkennbar.
d) Die direkte Beobachtung des Leuchtschirmbildes ist subjektiv. Intensitäts-Optimierungen sind nur grob möglich; quantitative Aussagen können nicht gemacht werden.

Aus den angeführten Gründen müßte hier der Einsatz elektronischer Systeme mit sofortiger vergrößerter Darstellung von Intensitätsverteilungen vorteilhaft sein. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein derartiges für die Justierung von Röntgenapparaturen geeigretes Sicht-System entwickelt, erprobt und auf weiter gehende Anwendbarkeit in der Kristallographie untersucht.

Im nächsten Abschnitt sollen kurz die Grundlagen von Röntgen-Sicht-Systemen und deren Anwendung in der Kristallographie behandelt werden.

2. Röntgen-Sicht-Systeme

Unter einem Röntgen-Sicht-System soll im folgenden eine Anordnung verstanden werden, die in einer Aufnahme-Einrichtung der örtlichen Verteilung der Photonenstromdichte $j(\underline{r})$ proportionale elektrische Signale erzeugt, welche nach geeigneter elektronischer Verarbeitung auf dem Leuchtschirm einer Bildröhre ein Bild der Stromdichte-Verteilung im betrachteten Querschnitt liefern (Abb.1).

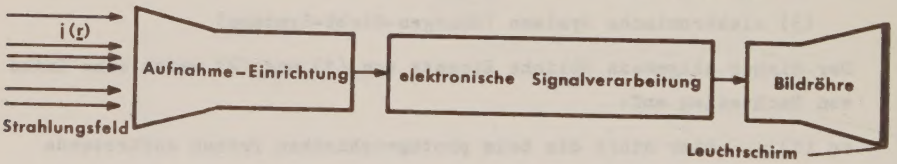


Abb.1 Prinzip eines Röntgen-Sicht-Systems

2.1 Röntgen-Sicht-Systeme in der Kristallographie

Obwohl Sicht-Systeme in der medizinischen Röntgentechnik seit langem verwendet werden (z.B. Röntgen-Bildwandler), werden sie auf dem Gebiet der Kristallographie bis heute nur sehr selten eingesetzt. Dabei wäre auch hier eine direkte Beobachtung von $j(\underline{r})$ außer in dem schon erwähnten Fall von Justierarbeiten bei zahlreichen weiteren Anwendungen, von denen nur einige als Beispiel angeführt seien, erwünscht:

(1) Orientierung von Einkristallen durch Beobachtung ihrer Laue-Diagramme
(2) Identifizierung von Stoffen an Hand von Pulver- oder Einkristall-Diagrammen
(3) Untersuchung von dynamischen Vorgängen
(4) Kontrolle industrieller Fertigungsprozesse (etwa durch topographische Aufnahmen)
(5) Vorlesungsdemonstrationen und Fernsehübertragungen

Die Entwicklung dafür geeigneter Sicht-Systeme stößt aber wegen der bei Feinstrukturuntersuchungen auftretenden sehr kleinen Photonenstromdichten auf große Schwierigkeiten.

NUMBERS OF QUANTA INVOLVED IN MEDICAL, INDUSTRIAL AND DIFFRACTION FLUOROSCOPY.

Parameter	Unit	Medical Fluoroscopy			Industrial Fluoroscopy	Diffraction		
		Chest	Antero-posterior Abdominal	Lateral Abdominal		Strong Monochromatic Beam from Single Crystal	Strong Laue Beam	Weak Laue Beam
Reference		108	108	108	4			
Excitation	kv	70	70	70		40	40	40
	ma	5	5	5		20	20	20
Target-to-screen distance (fluoroscopy) or crystal-to-screen distance (diffraction)	cm	70	70	70		5	5	5
Intensity of fluoroscopic screen without patient or object in X-ray beam	r sec^{-1}	0.088	0.088	0.088	2.0	—	—	—
X-photons leaving X-ray tube through solid angle intercepting 1 mm^2 at fluoroscopic screen*	sec^{-1}	5×10^5	5×10^6	5×10^6	1×10^9			
X-photons leaving crystal in diffraction beam intercepting 1 mm^2 at fluoroscopic screen	sec^{-1}	—	—	—	—	1×10^6	1×10^4	100
X-photons leaving patient or object	%	10	1	0.1	6	—	—	—
	sec^{-1}	5×10^4	5×10^4	5×10^5	6×10^7	—	—	—
X-photons usefully absorbed in fluoroscopic screen	%	68	55	51	50	50	50	50
	mm^{-2} sec^{-1}	3.5×10^4	2.5×10^6	2.5×10^5	3×10^7	5×10^8	5×10^8	50
Light photons produced in fluoroscopic screen	per X-photon	5000	5000	5000	5000	1000	1000	1000
	mm^{-2} sec^{-1}	1.7×10^8	1.3×10^8	1.2×10^7	1.5×10^{11}	5×10^8	5×10^6	5×10^4
Brightness of fluoroscopic screen	mL	~0.02	$\sim 10^{-2}$	$\sim 10^{-4}$	~1	0.005	5×10^{-6}	5×10^{-7}
Light photons entering pupil of eye†	sec^{-1}	5×10^3	3.5×10^4	3×10^3	4.5×10^7	1.5×10^6	1500	15
Retinal efficiency at screen brightness above	%	1.5	3.0	5.0	3.1	5.0	5.0	5.0
Light photons reaching and stimulating retina	sec^{-1}	7.5×10^2	1.0×10^3	1.5×10^2	1.4×10^6	7.5×10^3	75	0.75
Intensification required to equal film viewing over 30-mL view box	0.2-sec^{-1}‡	1.5×10^3	0.2×10^3	0.3×10^2	2.8×10^2	1.5×10^3	15	—
	×	1500	3×10^4	3×10^5	30	6000	6×10^5	—

* No. of X-photons = $\dfrac{(\text{r sec}^{-1})(2.083 \times 10^9 \text{ ion pairs cm}^{-3}\text{ r}^{-1})(32.5 \text{ volt ion-pair}^{-1})(10^{-2} \text{ cm}^2 \text{ mm}^{-2})}{(\mu/\rho)_{\text{air}}(\text{X-ray tube potential, kv})}$.

† Fraction of photons entering pupil = $d^2/4D^2$.
d is pupil diameter (0.7–0.76 cm for fluoroscopic screen brightness).
D is viewing distance (~20 cm).

‡ 0.2 sec is the storage or integration time of the human eye.

Tabelle I (aus /1/)

Wie aus der letzten Zeile von Tabelle I, in der charakteristische Daten für die medizinische, die Grob- und die Feinstruktur-Anwendung von Röntgenstrahlen zusammengestellt sind, zu entnehmen ist, muß beispielsweise zur Darstellung eines starken Laue-Reflexes die Empfindlichkeit eines Sicht-Systems bereits um den Faktor 4oo größer sein als bei einer Lungendurchleuchtung.

Zur weiteren Erörterung der Intensitätsfrage seien zunächst an Hand von Abb.2 die zur Zeit bekannten Sicht-System-Anordnungen in ihrem Aufbauprinzip erläutert:

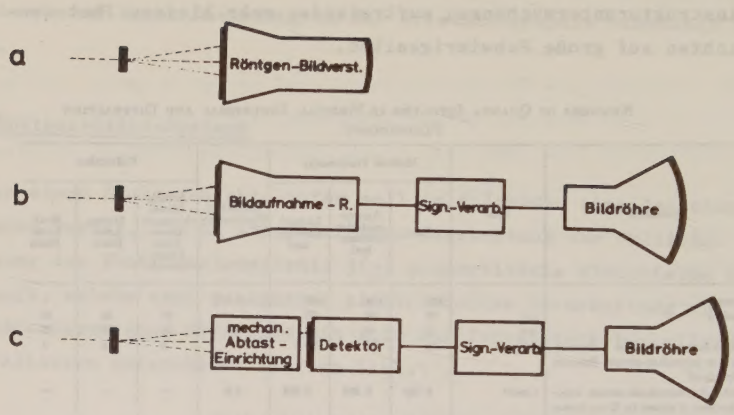


Abb.2 Prinzipaufbau verschiedener Sicht-System-Anordnungen

Beim Bildwandler-Verfahren (a) werden aus einer Photokathode durch Röntgenstrahlung oder durch die Fluoreszenzstrahlung eines Leuchtschirmes Elektronen ausgelöst, die beschleunigt und auf dem Bildschirm am anderen Ende der Wandlerröhre abgebildet werden.

Beim Fernsehketten-Verfahren (b) fällt die Strahlung auf das röntgenempfindliche Target einer Aufnahmeröhre (Röntgen-Vidicon /2/, Siliziumdioden-Vidicon /3/) oder einen Fluoreszenzschirm mit nachgeschaltetem lichtempfindlichem Target. Die zeilenweise Abtastung des Targets mittels eines Elektronenstrahls liefert Signale zum Ansteuern einer Bildröhre.

Beim mechanisch-elektronischen Verfahren (c) wird der abzubildende Strahlquerschnitt durch eine mechanisch bewegte Blende punktweise abgetastet. Ein geeigneter Strahlungsdetektor (z.B. Szintillationszähler) setzt die ausgeblendete Strahlung in elektrische Signale um, die nach elektronischer Verarbeitung den Elektronenstrahl einer Bildröhre steuern.

Zwischen den Verfahren (a) und (c) besteht nun folgender wichtige Unterschied: Bei (a) erfolgt die Bildaufnahme flächig, bei (c) punktweise. Dies ist, wie sogleich gezeigt werden wird, von wesentlichem Einfluß auf die Ausnutzung des im Strahlquerschnitt verfügbaren Photonenstromes und damit auf den Anwendungsbereich eines Systems. Die Fernsehketten-Verfahren (b) arbeiten trotz punktweiser Abtastung des Targets

durch den Elektronenstrahl dennoch flächig aufnehmend; alle heute verwendeten Target-Arten speichern nämlich die gesamte sich während einer Bildzeit auf einem Bildpunkt ansammelnde Information bis zum Abtastmoment.

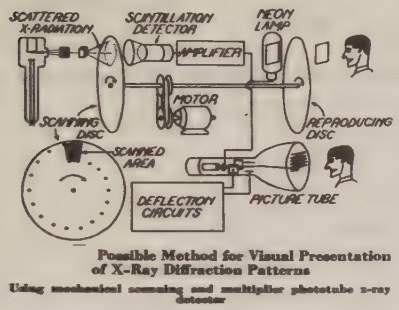
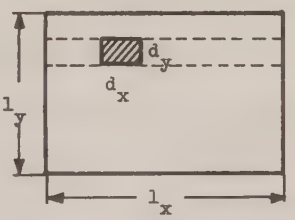


Abb.3 (aus /4/)

Abb.3 zeigt den Aufbau eines 1953 von BERTIN /4/ angegebenen mechanisch-elektronischen Systems. Die Abtastung erfolgt durch eine vor einem Szintillationszähler rotierende Nipkowscheibe, die Wiedergabe durch eine synchron laufende Bildscheibe oder auf einem mit dem Scheibenumlauf synchronisierten Monitor.

Es sollen nun einige quantitative Aussagen für ein derartiges - d.h. punktweise abtastendes - System gemacht werden:

Ein rechteckiges Bildfeld (l_x, l_y) werde durch eine rechteckige Blende (d_x, d_y) mit z Zeilen abgetastet.



Als Auflösungsvermögen in y-Richtung definieren wir

$$\alpha_y = z/l_y \quad ,$$

und als Auflösungsgrenze in y-Richtung (kleinster Abstand zweier Bildpunkte, die noch getrennt registriert werden)

$$\beta_y = 1/\alpha_y = l_y/z \quad .$$

Die optimale Höhe der Blendenöffnung ist

$$d_y = \beta_y = l_y/z \quad .$$

Führen wir die Zahl der Bildpunkte/Zeile n_b ein, so gilt

$$\alpha_x = n_b/l_x \qquad \text{und analog}$$

$$d_x = \beta_x = l_x/n_b \quad .$$

Im allgemeinen wählt man $\alpha_x = \alpha_y$; dann ist

$$n_b = z \cdot l_x/l_y \quad .$$

Für die Gesamtzahl der Bildpunkte des Bildes gilt

$$n = n_b z$$

Die Abtastzeit t (Zeit, in der die Blendenöffnung einen einzelnen Bildpunkt abtastet) hängt mit n und der Bildfrequenz f zusammen,

$$t = 1/nf = 1/n_b z f \quad .$$

Die Zahl der Photonen, die in der Abtastzeit t auf den Detektor (also auf einen einzelnen Bildpunkt) fallen, sei N_t.

Herrscht in der Abtastebene die Photonenstromdichte j, so ist der durch die Blendenfläche A tretende Photonenstrom gegeben durch

$$\Phi = j \cdot A \quad , \qquad \text{und man erhält}$$

$$N_t = \Phi \cdot t = j \cdot A \cdot t = j \cdot A / n_b z f \quad .$$

Mit der Blendenfläche

$$A = d_x d_y = l_x l_y / n_b z \qquad \text{erhält man schließlich}$$

$$N_t = j \cdot l_x l_y / n_b^2 z^2 f \quad .$$

Für ein quadratisches Bildfeld gilt noch $l_x = l_y = l$ und $n_b = z$, also

$$N_t = j \cdot l^2 / z^4 f \qquad (1)$$

			Beispiel 1	Beispiel 2
Bildfeldbreite	l	mm	1o	1o
Zeilenzahl	z		6oo	5o
Abtastfrequenz	f	Hz	25	1o
Bildpunktzahl	n		$3{,}6 \cdot 1o^5$	$2{,}5 \cdot 1o^3$
Auflösungsvermögen	α	Linien/mm	6o	5
Auflösungsgrenze	ß	mm	$17 \cdot 1o^{-3}$	o,2
Abtastzeit/Bildpunkt	t	s	$1o^{-7}$	$4 \cdot 1o^{-5}$
Photonenstromdichte (aus Tabelle I)	j	$mm^{-2}s^{-1}$	N_t	
Monochromator-Reflex		$1o^6$	$3 \cdot 1o^{-3}$	1,5
Laue-Reflex (stark)		$1o^4$	$3 \cdot 1o^{-5}$	$1{,}5 \cdot 1o^{-2}$
Laue-Reflex (schwach)		$1o^2$	$3 \cdot 1o^{-7}$	$1{,}5 \cdot 1o^{-4}$

Tabelle II Daten einer punktweise abtastenden Anordnung

In Tabelle II sind zwei Beispiele mit unterschiedlichen Abtastparametern z und f aufgeführt und die nach Gleichung (1) aus den j-Werten der Tabelle I berechneten Werte von N_t zusammengestellt. Die hier gewählte

Bildfeldbreite von l = 1o mm ergibt ein Bildfeld, das etwa dem nutzbaren Target-Bereich einer 1"-Fernsehaufnahmeröhre entspricht. Berechnet man zum Vergleich die Zahl der in einer Bildzeit t_b ($t_b = 1/f$) auf einen einzelnen Bildpunkt eines Targets fallenden Photonen N aus

$$N = j \cdot l^2 / z^2 f \quad ,$$

so erhält man Werte, die in Tabelle III den entsprechenden Werten von N_t gegenübergestellt sind.

	Abtastung mit Speichertarget (flächig) N	mechanische Abtastung (punktweise) N_t
Monochromator-Reflex	$\approx 1o$	$3 \cdot 1o^{-3}$
Laue-Reflex (stark)	$\approx 1o^{-1}$	$3 \cdot 1o^{-5}$
Laue-Reflex (schwach)	$\approx 1o^{-3}$	$3 \cdot 1o^{-7}$

Tabelle III Vergleich von flächiger und punktweiser Abtastung (für Beispiel 1 von Tabelle II)

Die Abtastparameter von Tabelle II, Beispiel 2, wurden so gewählt, daß im Falle größter Photonenstromdichte (Monochromator-Reflex) gerade 1 bis 2 Photonen je Bildpunktabtastung zum Detektor gelangen. Hier liegen also die Grenzen eines derartigen Systems bei normalen Betriebsbedingungen des Röntgengenerators (4o kV, 2o mA). Zwar lassen sich die Werte von N_t durch den Einsatz von Höchstleistungsröntgenröhren /5/ zur Zeit maximal um den Faktor 6o erhöhen; der erforderliche technische Aufwand würde aber in keinem Verhältnis zum erzielten Nutzen stehen.

Die bisherigen Ausführungen zeigen, warum bis auf die Anordnung von BERTIN /4/ keine Arbeiten über mechanisch-elektronische Sicht-Systeme für das Feinstrukturgebiet veröffentlicht worden sind. Die gesamte Entwicklung konzentrierte sich vielmehr auf die Bildwandler- und Fernsehketten-Verfahren bzw. Kombinationen von beiden. Als Überblick seien abschließend die wichtigsten seit 1968 veröffentlichten Sicht-System-Anordnungen mit einigen charakteristischen Daten aufgeführt:

CHIKAWA u. FUJIMOTO /2/ benutzen ein für ihre Anordnung entwickeltes röntgenempfindliches Vidicon mit Be-Fenster und PbO-Target; Nutzfläche 1/2 x 3/8", Zeilenzahl 525, Bildfrequenz 3o Hz, Auflösungsgrenze 3o μm, Rauschpegel bei etwa $5 \cdot 1o^5$ Photonen/mm^{2}s.

REIFSNIDER u. GREEN /6/ verwenden einen (ZnCd)S-Fluoreszenzschirm mit verkleinerter (4:1) optischer Abbildung auf einen 3stufigen Bildverstärker; Gesamtverstärkung für direkte Beobachtung 16 ooo, Auflösungsvermögen (auf Fluoreszenzschirm zurückgerechnet) 1 Linienpaar/mm.

LANG u. REIFSNIDER /7/ bilden einen ZnS(Ag)-Schirm optisch auf einen 4stufigen Bildverstärker ab; Rauschgrenze bei etwa 1o Photonen/$mm^2 s$, keine Angaben über Auflösungsvermögen.

MEIERAN, LANDRE u. O'HARA /8/. Ihre Anordnung besteht aus einem Fluoreszenzschirm, optischer Abbildung auf einen einstufigen Bildverstärker mit über Faseroptik angekoppeltem SEC-Vidicon. Bildfeldgröße 1o x 2o mm, Auflösungsgrenze 3o μm, keine Angaben über Rauschgrenze.

2.2 Sicht-Systeme für Justierzwecke

Bei Justierarbeiten an Strahlengängen in Feinstruktur-Röntgenapparaturen ist es in fast allen Fällen ausreichend, Strahlquerschnitte eindimensional abzutasten. Daraus ergeben sich folgende Vorteile:

(1) Möglichkeit der Darstellung der Photonenstromdichte-Verteilung längs der Abtastbahn als Amplitudenkurve, etwa auf einem einfachen Oszillographen. Dadurch lassen sich gegenüber der bei zweidimensionaler Abtastung anzuwendenden Helligkeitsmodulation des Bildes genauere Aussagen über die Verteilung machen und quantitative Messungen durchführen.

(2) Möglichkeit der Signalspeicherung im elektronischen Teil. Dieses ist nur bei eindimensionaler Abtastung mit vertretbarem Aufwand möglich. Die beliebig lange Speicherungsdauer ergibt auch bei kleinen Abtastfrequenzen flimmerfreie Darstellungen, ohne daß Spezial-Speicheroszillographen eingesetzt werden müssen.

Speziell für ein mechanisch abtastendes System gilt weiterhin:

(3) Die Zahl der den Detektor treffenden Photonen N_t erhöht sich um den Faktor der Zeilenzahl; es gilt jetzt

$$N_{t,\,eindim} = j \cdot A / n_b \cdot f \quad .$$

(4) Abtastung mit Schlitzblende möglich. In Feinstrukturapparaturen kommen häufig Strahlquerschnitte mit Seitenverhältnissen von 1o:1

oder größer vor (Strichfokus). Bei Abtastung quer zur Strichrichtung kann die Blende bei kleinem d_x (in Abtastrichtung), d.h. bei hohem Auflösungsvermögen α_x, einen größeren Wert für d_y (in Strichrichtung) und damit größere Öffnungsfläche A aufweisen.

Es besteht hier also die Möglichkeit, durch Verringerung der Abtastfrequenz f (Signalspeicherung) und Vergrößerung der Blendenfläche A (Schlitzblende) die Zahl der registrierbaren Photonen N_t wesentlich zu erhöhen. Damit müßte ein eindimensional mechanisch abtastendes Verfahren zumindest für Justierarbeiten einsetzbar sein. Darüber hinaus sollte es in der Kristallographie auch dort verwendbar sein, wo eindimensionale Registrierung von Intensitäten vorgenommen wird, etwa bei der Aufnahme von Reflex-Profilen.

Untersucht man die Bildwandler- und Fernsehketten-Verfahren auf ihre Eignung für diesen speziellen Aufgabenbereich, so ergibt sich folgendes:

Bildwandler liefern direkt ein zweidimensionales Bild; es stehen keine elektrischen Signale zur Weiterverarbeitung zur Verfügung. Daher müßten sie in Verbindung mit Fernsehketten, bei denen eine Amplitudendarstellung der Signalverteilung längs einer einzelnen Zeile möglich ist, betrieben werden. Der für eine derartige Kombination erforderliche Platzbedarf ist aber in den meisten Fällen untragbar.

Fluoreszenzschirme mit nachgeschalteter Fernsehkamera sind aus Intensitäts- und Auflösungsgründen ungeeignet /4/.

Röntgen-Vidicons (/2/, /3/) weisen ebenfalls eine Reihe von Nachteilen auf, wie begrenztes Auflösungsvermögen, Wellenlängenabhängigkeit, geringe Speicherzeit und Lebensdauer der Targets. Ihr Einsatz dürfte nur dort interessant sein, wo zweidimensionale Intensitätsverteilungen aufgenommen werden sollen, etwa bei der Einkristall-Strukturanalyse (siehe /9/).

Die bisherigen Überlegungen führten zur Grundkonzeption des hier entwickelten Systems, das mit eindimensionaler mechanischer Abtastung und Signalspeicherung im elektronischen Teil arbeitet. Der Funktion entsprechend waren zwei Teilaufgaben zu lösen,

(1) Entwicklung der Aufnahmeeinrichtung (Detektor mit Abtasteinrichtung
(2) Entwicklung der erforderlichen Elektronik,

über die in den folgenden Abschnitten berichtet werden soll.

3. Die Aufnahmeeinrichtung

3.1 Der Detektor

Der Wellenlängenbereich der bei Feinstrukturuntersuchungen verwendeten Röntgenstrahlung liegt etwa zwischen o,2 und 2,5 Å; dies entspricht einem Bereich der Anregungsenergie für die charakteristische Strahlung von etwa 5 bis 6o keV. Von den für diesen Bereich in Frage kommenden Strahlungsdetektoren - Ionisationskammer, Auslöse- bzw. Proportional-Zählrohr, Kristallzähler, Szintillationszähler - weist nur ein Szintillationszähler mit NaJ(Tl)-Kristall die für die hier zu lösende Aufgabe geforderten Eigenschaften auf (/1o/, /11/):

(1) Hoher Quantenzählwirkungsgrad im gesamten Energiebereich (> 9o % oberhalb von Cr-Strahlung (nach /12/))
(2) Geringe Abhängigkeit des Quantenzählwirkungsgrades von der Photonenenergie
(3) Konstante Empfindlichkeit über die Detektoroberfläche
(4) Gute zeitliche Auflösung (< 1 μs)
(5) Unempfindlichkeit gegen Überlastung durch hohe Photonenflüsse
(6) Energieproportionalität der Ausgangssignale (diskriminierbar)
(7) Hohe Lebensdauer

Für den Aufbau der Aufnahmeeinrichtung wurde eine neu entwickelte Detektorsonde der Firma EFG, Berlin, verwendet. Diese Sonde (siehe z.B. Abb. 15) enthält in einem Schutzrohr von 3o mm Außendurchmesser und 22o mm Länge die zu einem Monoblock vergossene, aus Be-Strahleneintrittsfenster (0,5 mm stark), NaJ(Tl)-Szintillationskristall (18 mm Durchmesser, 1 mm stark) und 1ostufigem Sekundärelektronenvervielfacher bestehende Detektoreinheit, den zur Dynodenversorgung benötigten Spannungsteiler sowie einen integrierten Breitband-Verstärker (Spannungsverstärkung 2ooo) zur Impuls-Vorverstärkung.

3.2 Die Abtasteinrichtung

Für die Konstruktion der Abtasteinrichtung wurden folgende Forderungen aufgestellt:

(1) Leichte Anbringbarkeit als Vorsatz zur Detektorsonde und Verwendbarkeit auch in Kombination mit anderen Detektor-Bauformen

(2) Kleine Abmessungen, um auch an schwer zugänglichen Stellen von Röntgenapparaturen verwendbar zu sein

(3) Weitgehende Variationsmöglichkeit in folgenden Parametern:
   a) Größe und Form der Blendenöffnung (Kreis-, Schlitzblende)
   b) Abtastweglänge (Blendenhub)
   c) Abtastfrequenz

Zunächst sei eine Anordnung mit rotierender Blendenscheibe (Abb.4a) betrachtet. Sie ist zwar mechanisch einfach aufzubauen, weist aber

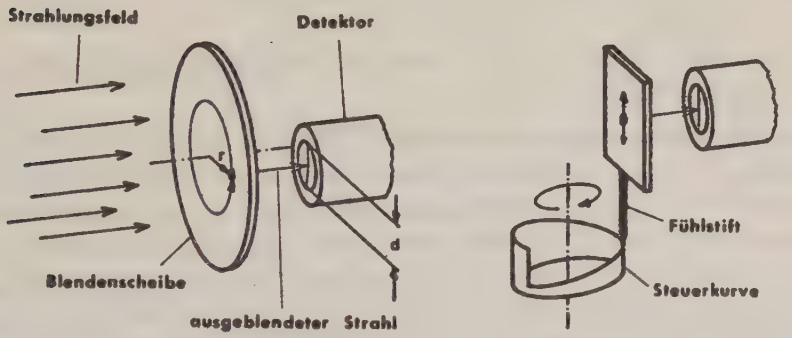


Abb.4 Abtast-Anordnungen

zwei schwerwiegende Mängel auf:

(1) Die Abtastung erfolgt längs einer Kreisbahn (ungeeignet für den Einsatz von Schlitzblenden)

(2) Ungünstiges Nutz- zu Totzeitverhältnis

Zu (2):

Es sei r der Abtastradius, d der Öffnungsdurchmesser des Detektors. Vom Detektor kann während einer Umdrehung der Blendenscheibe Strahlung nur in der Nutzzeit t_n registriert werden, in der sich die Blendenöffnung vor der Detektoröffnung befindet; die restliche Zeit ist die Totzeit t_t. Der früher berechnete Wert von N_t (Zahl der registrierbaren Photonen) wird um einen Faktor $t_n/(t_n + t_t)$ reduziert; für diesen gilt

$$t_n/(t_n + t_t) = d/2\pi r \quad .$$

Im allgemeinen wird die optimale Abtastweglänge l wegen der geringen Abmessungen der abzutastenden Strahlquerschnitte kleiner als d sein;

dann gilt

$$(t_n/(t_n + t_t))_{eff} = 1/2\pi r$$

So erhält man beispielsweise mit dem konstruktiv bedingten minimalen Abtastradius von r = 3o mm und einer Abtastweglänge von l = 1,8 mm

$$(t_n/(t_n + t_t))_{eff} = o,o1$$

Die daraus resultierende Verkleinerung von N_t würde aber den Anwendungsbereich des Systems stark einschränken. Zwar ließe sich durch Verwendung von n gleich großen und gleichmäßig über den Abtastkreis verteilten Blendenöffnungen t_t verringern und für

$$n = 2\pi r/l$$

zu Null machen. Für l = 1,8 mm wären dann aber bereits 1oo Blendenöffnungen vorzusehen.

Wegen der soeben erläuterten Nachteile wurde für die Abtastung ein anderes, in Abb.4b skizziertes Prinzip gewählt: Eine linear bewegliche Blende wird durch eine umlaufende Steuerkurve vor dem Detektorfenster verschoben; die Blende führt damit eine sägezahnartige Bewegung mit sehr kleiner Totzeit (Rücksprungzeit an der Steuerkurvenkante) aus. Mit einer derartigen Anordnung läßt sich sehr leicht die oben aufgestellte Forderung nach voneinander unabhängiger Veränderbarkeit der Abtastparameter realisieren,

Blendenform und -größe: durch Auswechseln des Blendenplättchens mit einer einzigen Öffnung

Abtastweglänge : durch Auswechseln der Steuerkurve

Abtastfrequenz : durch Änderung der Steuerkurven-Drehzahl

Die nach diesem Prinzip konstruierte Abtasteinrichtung sei an Hand von Abb.5 a u. b näher erläutert:

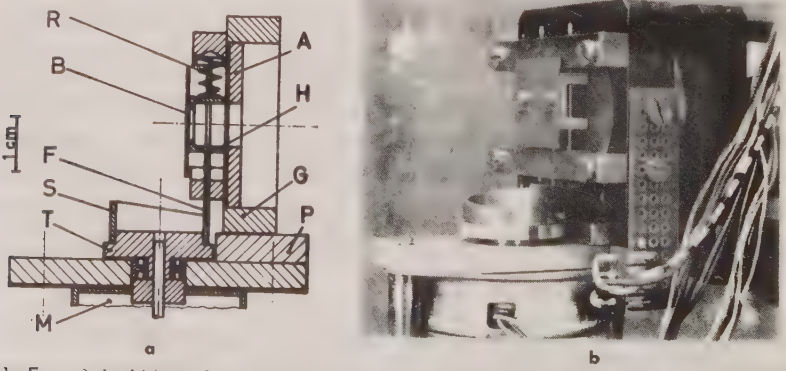


Abb.5 Schnitt und Ansicht der mechanischen Abtasteinrichtung

Der Motor M treibt über den Steuerkurven-Träger T auswechselbare Steuerkurven S an, die vom Fühlstift F abgetastet werden. Dieser verschiebt den auf zwei Führungsstiften beweglich gelagerten Blendenhalter H mit aufgesetztem Blendenplättchen B gegen die Kraft der Rückholfeder R. Die das gesamte Abtastsystem tragende Grundplatte G kann in beliebiger Lage (vertikale oder horizontale Abtastung) auf die Detektorsonde aufgesteckt oder vor anderen Detektoren angebracht werden. Die Aperturblende A dient dazu, Abmessungen und damit Masse der Blendenplättchen klein halten zu können, um die durch die Federkraft von R und die Masse des beweglichen Systems, bestehend aus Blendenplättchen, Blendenhalter und Fühlstift, bestimmte Rücksprungzeit t_t klein zu halten.

3.2.1 Der Antriebsmotor

Der Motor für den Antrieb der Abtasteinrichtung muß folgende Eigenschaften aufweisen:

(1) Über einen großen Bereich veränderbare Drehzahl
(2) Hohe Drehzahlkonstanz

Beide Forderungen lassen sich in idealer Weise durch Einsatz eines Schrittmotors erfüllen. Ein solcher Motor dreht sich auf einen Steuerimpuls hin um einen Schritt, d.h. um einen genau definierten Winkel. Die Drehzahleinstellung erfolgt durch Änderung der Steuertakt-Frequenz; die Drehzahlkonstanz ist damit allein abhängig von der Frequenzkonstanz des Taktgenerators. Für den einstellbaren Drehzahlbereich gibt es nur eine obere, konstruktionsbedingte Grenze.

Ein weiterer wesentlicher Vorteil ergibt sich dadurch, daß die Zeit zwischen zwei Taktimpulsen als Zeitbasis, d.h. als Zählzeit für die Impulszählung benutzt werden kann. Dadurch erhält man automatisch eine konstante Zahl von Messungen (= Abtastpunkten) je Motorumdrehung, unabhängig von der Drehzahl. Dies ermöglicht aber den Einsatz eines elektronischen Speichers mit fester Zuordnung zwischen Blendenstellung und Speicherkanal (siehe Abschnitt 4).

Der hier eingesetzte Motor war ein VALVO-Modell Typ 9904 112 07 mit folgenden Daten:

Schrittzahl/Umdrehung = 48 $\triangleq$ Schrittwinkel = $7{,}5^{\circ}$
maximale Schrittzahl = 250 s^{-1} $\triangleq$ maximale Drehzahl = 5 s^{-1}

Aus ersten Versuchen mit der fertiggestellten Abtasteinrichtung ergab sich erwartungsgemäß die Forderung nach Verfeinerung der Ortsrasterung von 48 Punkten auf etwa 1oo Punkte (dies entspricht einer Rasterpunktlänge der Oszillographenkurve von etwa 1 mm bei 1oo mm Schreibbreite). Da Schrittmotoren kleiner Abmessung mit Schrittwinkeln von 3 bis 4^{o} nicht verfügbar waren, andererseits der Einbau einer mechanischen Untersetzung wegen der erforderlichen Spielfreiheit aufwendig gewesen wäre und die Reduzierung von f_{max} auf 2,5 Hz zur Folge gehabt hätte, wurde hier die Schrittwinkelverkleinerung auf mechanisch-elektronischem Weg durch Ankopplung eines zweiten 48-Schritt-Motors vorgenommen. Die Rotoren beider Motoren sind starr miteinander gekoppelt, gegeneinander jedoch um einen halben Schritt, also $3,75^{o}$ verdreht. Durch eine einfache Motorsteuerelektronik wird, vom Taktgenerator gesteuert, jeweils abwechselnd nur eine der beiden Motorwicklungen erregt. Dadurch ergibt sich ein Einrasten des gemeinsamen Rotorsystems in 96 Stellungen je Umdrehung ohne Verringerung von f_{max}.

Durch Einsatz eines Speichers mit 96 Kanälen kann jeder Blendenstellung ein Speicherkanal zugeordnet werden. Zur Synchronisation von Blendenstellung und Speicher muß die Abtastanordnung in einer bestimmten Stellung (etwa beim Blendenrücksprung) ein Synchronsignal liefern. Dazu wurde die in Abb.6 dargestellte, aus einer Linsenkopf-Miniaturglühlampe G und einer Photodiode D bestehende Lichtschranke aufgebaut, die in der Abstandsplatte P (Abb.5a) untergebracht ist und eine am Steuerkurventräger T angebrachte Marke M abtastet.

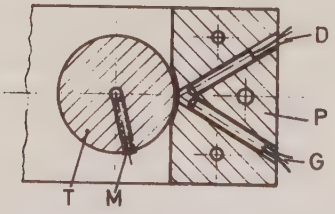


Abb.6 Lichtschranke zur Synchronsignal-Erzeugung

Die Abb.7 zeigt die endgültige Ausführung der Abtasteinrichtung mit den beiden Schrittmotoren; im Vordergrund erkennt man zwei der auswechselbaren Steuerkurven (1 mm und 2,5 mm Hub). Als Abtastblenden standen zur Verfügung: a) Kreisblende, Öffnungsdurchmesser d = o,12 mm; b) Schlitzblende o,15 x 1 mm; c) Schlitzblende o,o2 x 5 mm. Alle Blenden hatten die Außenmaße 16 x 16 mm. a) und b) waren aus o,5 mm starkem, c) aus o,o5 mm starkem Bleiblech hergestellt.

Abb.7 Abtasteinrichtung mit Steuerkurven

4. Der elektronische Teil des Systems

Zunächst sei der Funktionsablauf innerhalb des elektronischen Teils an Hand von Abb.8 kurz erläutert:

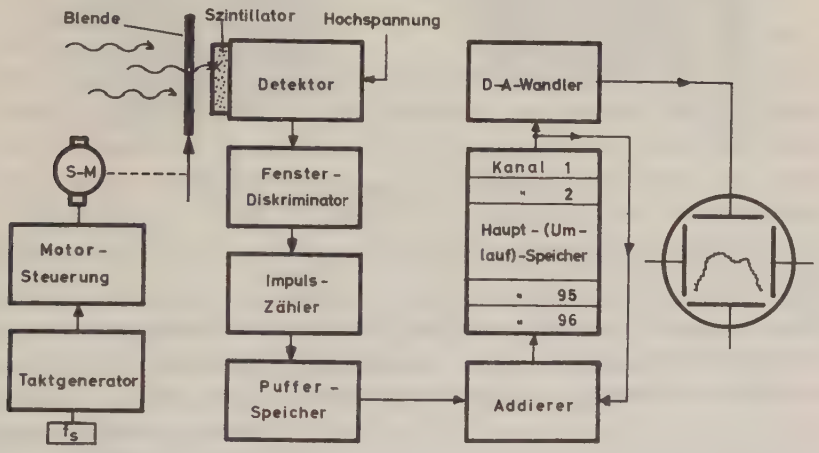


Abb. 8 Blockschaltbild des elektronischen Teils

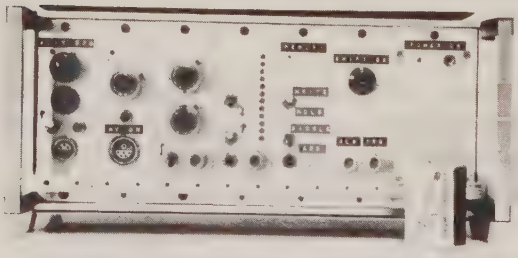
Ein Taktgenerator mit einstellbarer Schrittfrequenz f_s steuert über Motorsteuerung und Schrittmotor die schrittweise Bewegung der Abtastblende. Die beim Auftreffen von Photonen auf den Szintillatorkristall vom Detektor erzeugten Signale lösen bei geeigneter Größe in einem Fensterdiskriminator Zählimpulse aus, die vom Impulszähler gezählt werden. Am Ende der durch den Abstand zweier Taktimpulse bestimmten Zählzeit $t_s = 1/f_s$ wird der Zählerinhalt in Binärform in den Pufferspeicher übernommen und von dort über den Addierer in den der jeweiligen Blendenstellung zugeordneten Kanal des Hauptspeichers eingeschrieben (bzw. zur dort bereits vorhandenen Information addiert). Nacheinander wird der im Hauptspeicher ständig mit hoher Geschwindigkeit umlaufende Inhalt der einzelnen Kanäle über den Digital-Analog-Wandler in Spannungswerte zur Y-Ablenkung des angeschlossenen Oszillographen , dessen X-Ablenkung mit dem Speicherumlauf synchronisiert ist, umgesetzt. Dies ergibt eine ständige flimmerfreie Darstellung des Speicherinhalts - Photonenzahl als Funktion des Blendenortes -, unabhängig von der Geschwindigkeit der Abtastung.

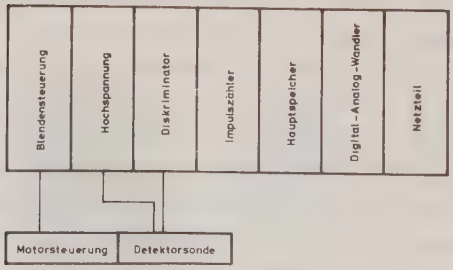
Die vom elektronischen Teil zu erfüllenden Aufgaben sind also im wesentlichen:

(1) Steuerung der Blendenbewegung
(2) Hochspannungsversorgung des Detektors
(3) Diskriminierung und Zählung der Detektorsignale
(4) Informationsspeicherung
(5) Informationsausgabe

Für die unter (2) und (3) aufgeführten Aufgaben stehen kommerziell erhältliche Zählschränke zur Verfügung. Für das hier entwickelte Sicht-System war aber eine wesentliche Forderung, daß es jederzeit an verschiedenen Orten bzw. Apparaturen eines Labors einsetzbar sein sollte. Dies erfordert, daß der gesamte elektronische Teil in einem leicht transportablen und nur wenig Raum beanspruchenden Gerät zusammengefaßt sein muß.

Daher wurde ein beträchtlicher Teil der Arbeit auf Konzeption und Aufbau der Elektronik verwandt, um Abmessungen, Gewicht und Leistungsaufnahme des Gerätes trotz seiner hohen Komplexität klein zu halten.

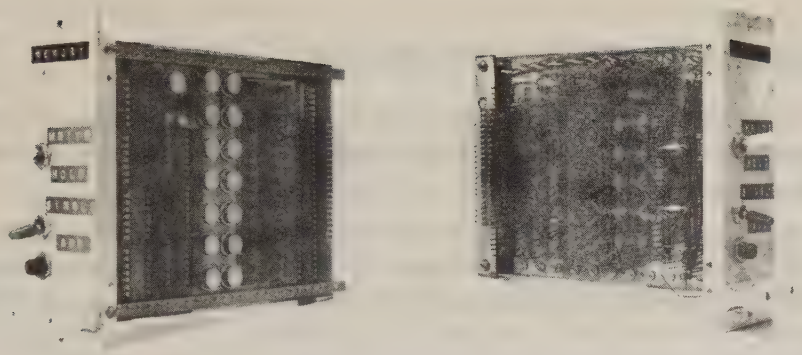




b

Abb.9 Ansicht und Blockaufbau des Geräteteils

Durch besondere Schaltungstechnik unter weitgehender Verwendung integrierter Schaltkreise sowohl im Digital- als auch im Analogteil des Systems gelang es, das vollständige Zählsystem einschließlich Signalspeicherung in einem nur 32 x 22 x 15 cm großen Gehäuse unterzubringen (Abb.9a). Funktion und Anordnung der einzelnen Einschübe des in Teileinschubtechnik aufgebauten Gerätes gehen aus Abb.9b hervor. Für die Einschübe wurde eine besondere Modul-Bauweise entwickelt, die kurz an Hand von Abb.10a und b erläutert sei:



a b

Abb.1o Speicher-Einschub

Die Frontplatte bildet zusammen mit den beiden Vierkant-Lochträgern und der Rücksteckerleiste einen metallischen, auf Massepotential liegenden Rahmen. Auf diesen Rahmen können Streifen mit jeweils vier Stecksockeln zur Aufnahme integrierter Schaltkreise im Dual-in-line-Gehäuse (DIP) aufgeschraubt werden. Diese im Photoätzverfahren hergestellten Streifen weisen eine durchgehende Masseebene auf, die nur an den Sockelstiften unterbrochen ist. Die abschirmende Wirkung des Rahmens und der Masseflächen sowie die niedrige Impedanz der Masseverbindungen ergeben ein sehr gutes Hochfrequenzverhalten des gesamten Schaltungsaufbaus, was wegen der sehr kurzen Schaltzeiten der überwiegend verwendeten TTL-Schaltkreise der 74er Familie (Gatter-Verzögerungszeiten von etwa 12 ns) unbedingt erforderlich ist. Zum Aufbau diskreter Bauelemente, wie einzelne Transistoren, Widerstände u.ä., können Lochrasterstreifen auf die Vierkantträger aufgeschraubt werden. So erkennt man im Mittelteil des Speichereinschubs (Abb.1o) die vierzehn MOS-Schieberegister-Speicher (runde Gehäuse), die in eine Platte mit 1opoligen Steckfassungen eingesetzt sind. Die Verdrahtung der einzelnen Sockelstifte untereinander erfolgte nach dem lötlosen Wire-Wrap-Verfahren (Verbindungsdraht wird unter Spannung in 6 bis 8 Windungen um die Anschlußstifte mit quadratischem Querschnitt gewickelt).

Wegen der leichten Lösbarkeit der Wickel-Verbindungen und der Flexibilität in der Anordnung der Sockelstreifen war es möglich, Änderungen in der Schaltungskonzeption beim Erscheinen neuer Schaltkreise mit höherem Integrationsgrad in jeder Phase der Geräteentwicklung vorzunehmen. Damit bietet sich eine derartige Modul-Technik speziell für die Laborentwicklung moderner elektronischer Geräte als optimale Lösung an.

4.1. Die Baugruppen des elektronischen Teils

Im folgenden soll kurz auf die Funktion der einzelnen Baugruppen (Teileinschübe) innerhalb des Gesamtsystems und ihre charakteristischen Date eingegangen werden:

Der Blendensteuerungs-Einschub enthält den Taktgenerator mit nachgeschalteten Impulsformerstufen zur Erzeugung von Steuerimpulsen verschiedener Dauer und Polarität für Motorsteuerung, Zähler, Pufferspeicher und Hauptspeicher.

Taktfrequenz $f_{s,max}$ = 5oo Hz $\hat{=}$ Taktzeit $t_{s,min}$ = 2 ms } kontinuierlich
$f_{s,min}$ = 1 Hz $\hat{=}$ $t_{s,max}$ = 1 s } einstellbar

In der an der Detektorsonde angebrachten Motorsteuerung wird das An- und Abschalten der Motorwicklungen beider Schrittmotoren für den schrittweisen Blendenantrieb vorgenommen sowie das von der Lichtschranke (siehe S.14) erzeugte Synchronsignal verstärkt.

Die zur Speisung des Photomultiplier-Dynodensystems benötigte Hochspannung wird im Hochspannungs-Einschub durch einen Gleichspannungswandler mit konstantem Übersetzungsverhältnis erzeugt. Die Spannungseinstellung (75o V ... 125o V) erfolgt durch Einstellung der Wandler-Eingangsspannung (12 V ... 2o V) mittels eines integrierten Spannungsreglers.

Im Diskriminator-Einschub gelangt das Ausgangssignal des Sonden-Vorverstärkers (Detektorsignal) an zwei Spannungskomparatoren mit einstellbaren Schwellen U_o (obere Kanalgrenze, O ... 5 V) und U_u (untere Kanalgrenze, O ... U_o). Liegt das Signalmaximum zwischen den Kanalgrenzen, so wird von einem Impulsformer ein Zählimpuls abgegeben. Mit einem Schalter läßt sich die obere Grenze abschalten (sog. "Integralmessung"), d.h. es können Impulse des gesamten Bremsspektrums registriert werden.

Im Zähler-Einschub werden die vom Diskriminator gelieferten Zählimpulse in einem 12stelligen Binärzähler registriert (z_{max} = 4o96). Beim Eintreffen eines Taktimpulses vom Blendensteuerteil wird der jeweilige Zählerstand in einen parallel geschalteten 12-bit-Pufferspeicher übernommen und anschließend der Zähler auf Null zurückgesetzt. Während der folgenden Zähl- bzw. Taktzeit t_s wird die im Pufferspeicher stehende Information auf der Frontplatte des Einschubs durch Anzeigelämpchen angezeigt und kann vom Hauptspeicher-Einschub zur weiteren Verarbeitung übernommen werden.

Im Hauptspeicher-Einschub, auf den im nächsten Abschnitt wegen seiner besonderen Bedeutung innerhalb des Gesamtsystems ausführlicher eingegangen werden soll, wird die im Pufferspeicher anstehende Information in den zur jeweiligen Blendenstellung zugeordneten Speicherkanal eines mit hoher Geschwindigkeit umlaufenden Umlaufspeichers eingeschrieben.

Im Digital-Analog-Wandler-Einschub erfolgt die Umsetzung der am Speicherausgang erscheinenden Binär-Informationen in die zur Ansteuerung des angeschlossenen Oszillographen benötigten Analogsignale (Spannungswerte) in einem 8stelligen D-A-Wandler (Auflösung 1:256). Dabei kann durch eine spezielle Schaltung die Zuordnung zwischen den 14 Stellen des vom Speicher gelieferten Binär-Wortes und den 8 Stellen des D-A-Wandler-Wortes verändert werden. Dadurch lassen sich z.B. bei hoher gespeicherter Impulszahl die unteren Stellen - d.h. die Stellen mit dem niedrigsten Stellenwert - in der oszillographischen Darstellung unterdrücken. Dies ergibt eine Glättung der Intensitätverteilungskurve. Andererseits ist die in den unteren Stellen enthaltene Information bei geeigneter Zuordnung von Speicher zu Wandler dennoch sichtbar zu machen, etwa zur Beobachtung des Verlaufs von Reflexprofil-Füßen.

Im Netzteil-Einschub werden die zur Versorgung des gesamten Systems benötigten stabilisierten Spannungen von $\pm$ 12 V und + 5 V mit Hilfe von drei integrierten Spannungsreglern erzeugt.

4.2. Der elektronische Speicher

Wie schon weiter oben erwähnt, war ein wesentlicher Punkt bei der Entwicklung des Sicht-Systems die Idee der Signalspeicherung im elektronischen Teil. Die daraus resultierenden Möglichkeiten sind vor allem:

(1) Unabhängig von der Geschwindigkeit der Strahlabtastung ist auf dem Oszillographenschirm ständig ein flimmerfreies Bild zu beobachten.

(2) Informationen aus mehreren aufeinanderfolgenden Abtastvorgängen können summiert werden (darauf wird im Abschnitt 5.3.1 näher eingegangen).

(3) Die gespeicherten Daten können zur Weiterverarbeitung - etwa mit einer elektronischen Datenverarbeitungsanlage (z.B. Entfaltung zur Eliminierung von Spaltverschmierungen) - auf Datenträger ausgegeben werden.

Da zur oszillographischen Darstellung der registrierten Photonenstromdichte als Funktion des Blendenortes die für die einzelnen Blendenschritte gespeicherten Informationen periodisch nacheinander vom System geliefert werden müssen, bietet sich die Verwendung eines Umlaufspeichers mit darin periodisch umlaufender Information an. Für den Aufbau eines derartigen Speichers gibt es verschiedene Möglichkeiten, wie magnetostriktive, Glas- bzw. Quarz-Verzögerungsleitungen sowie Halbleiterspeicher. Durch die Fortschritte der MOS-Technologie stehen seit kurzem Halbleiterspeicher sehr hoher Speicherdichte zur Verfügung; sie liegt zur Zeit bei maximal 4o96 bit/Schaltkreis für Festwert- und bei 1o24 bit/Schaltkreis für dynamische Speicher (Schieberegister) /13/, /14/.

Die Arbeitsweise eines Schieberegisters sei zum besseren Verständnis der Speicher-Schaltung kurz skizziert: Eine am Registereingang anliegende Binär-Information wird durch einen Schiebetaktimpuls in die erste Zelle des Registers eingelesen, durch jeden folgenden Taktimpuls um eine Stelle im Register verschoben und steht nach n Takten (n = bit-Länge des Registers) für die Zeit bis zum Eintreffen des nächsten Taktimpulses am Registerausgang zur Verfügung. Wird der Registerausgang mit dem Eingang verbunden, so wird die Ausgangsinformation erneut eingelesen - man erhält einen n-bit-Umlaufspeicher. Durch Zählen der Taktimpulse in einem n-bit-Zähler kann jeder Stelle der umlaufenden Information beim Erscheinen am Aus- bzw. Eingang des Registers eine Adresse zugeordnet werden.

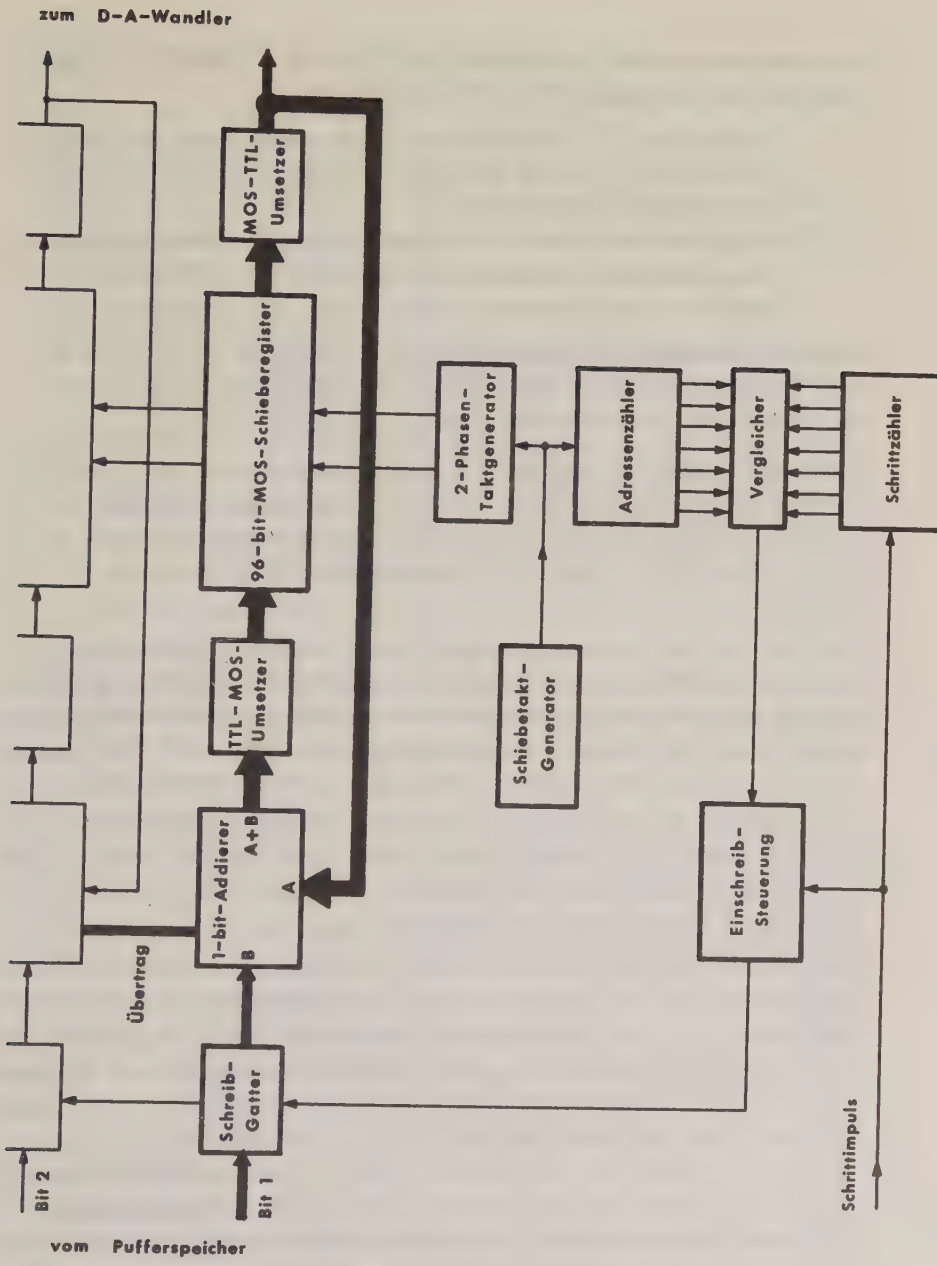


Abb.11 Blockschaltung des Hauptspeichers

Zur Speicherung eines Binärwortes von m Stellen in einem derartigen Speicher gibt es folgende zwei Möglichkeiten:

(1) Speicherung der einzelnen Bits jedes Wortes sowie der Wörter nacheinander in einem einzigen Umlaufspeicher (bit-serielle, wort-serielle Speicherung).

(2) Verwendung von m parallelen, durch ein gemeinsames Signal synchron getakteten Speichern; jedes Binärwort wird parallel gespeichert (bit-parallele, wort-serielle Speicherung).

Bei gleichem Speicherplatzbedarf (in bit) für beide Methoden wurde hier (2) gewählt, da die zu speichernden Binärwörter parallel im Pufferspeicher zur Verfügung stehen.

Der Hauptspeicher des Gerätes besteht aus einem Block von 14 parallel getakteten MOS-Schieberegistern von je 96 bit Länge; also sind 96 14-bit-Wörter (entsprechend den 96 möglichen Blendenstellungen) speicherbar. Der Funktionsablauf im Hauptspeicher sei an Hand von Abb.11 erläutert:

Jede der vierzehn Speicherschleifen besteht aus dem 96-bit-Schieberegister, zwei Umsetzern zur Anpassung der unterschiedlichen Logik-Pegel von TTL und MOS sowie einem 1-bit-Addierer. Ein Schiebetakt-Generator mit f_t = 1oo kHz versorgt über den 2-Phasen-Taktgenerator alle Register synchron mit den erforderlichen Taktimpulsen. Bei gesperrten Schreib-Gattern läuft die im Register befindliche Information unverändert um (A+B = A wegen B=0); jedes Binärwort steht dabei für die Zeit $t_t = 1/f_t$ = 1o s am Ausgang der MOS-TTL-Umsetzer zur Umwandlung in einen proportionalen Spannungswert zur Verfügung.

Beim Eintreffen eines Schrittimpulses vom Blendensteuerteil (also Ende der Zählzeit für die Blendenstellung i; Übernahme der registrierten Impulszahl k_i in den Pufferspeicher; Sprung der Blende in Stellung i+1) erhöht sich der Zählerstand z_s des Schrittzählers von i-1 auf i; gleichzeitig wird die Einschreibsteuerung aktiviert. Meldet nun der Vergleicher gleichen Stand von Adressenzähler (z_a) und Schrittzähler (z_s), d.h. $z_a = z_s = i$, so werden für die Zeit t_t = 1o s die Schreib-Gatter geöffnet. Das dadurch an den B-Eingängen der Addierer erscheinende Wort k_i (Pufferspeicherinformation) wird unter Berücksichtigung möglicher Überträge zu dem gespeicherten, an den A-Eingängen anliegenden Wort addiert; die Summe A+B wird als neue Information in den Speicher eingeschrieben. Anschließend wird die Einschreibsteuerung abgeschaltet, damit die

Addition von k_i nicht bei jedem nachfolgenden Umlauf für $z_a = z_s = i$ erneut durchgeführt wird. Erst nach dem Sprung von $z_s = i$ auf $z_s = i+1$ läuft der ganze Vorgang erneut wie beschrieben ab.

Eine Reihe weiterer Steuerschaltungen, die in Abb.12 der Übersichtlichkeit halber nicht eingezeichnet wurden, übernehmen folgende Funktionen:

(1) Synchronisation des Adressenzählers und damit des Speicherinhalts mit der Blendenstellung (durch Synchronsignal, siehe Abschnitt 3.2.1.)

(2) Synchronisation der X-Ablenkung des angeschlossenen Oszillographen mit dem Speicherumlauf durch Abgabe eines Triggerimpulses vom Adressenzähler

(3) Löschen des Speicherinhalts nach Einschalten des Gerätes durch Sperren der TTL-MOS-Umsetzer für einen Speicherumlauf

(4) Löschen des Speicherinhalts vor jedem Abtastvorgang in Betriebsart "Einzeldarstellung". Diese Betriebsart, bei der die Intensitätsverteilung für jeden Abtastvorgang neu dargestellt wird, ist dann zu wählen, wenn Änderungen der Verteilung, etwa bei Justierarbeiten, beobachtet werden sollen.

(5) Unterbrechen des Einschreibvorgangs nach Ablauf eines Abtastvorgangs; der Speicherinhalt steht unverändert für Datenausgabe bzw. Beobachtung oder photographische Registrierung des Schirmbildes zur Verfügung.

Es sei noch erwähnt, daß der hier beschriebene Speicher auch in anderen Werten für die Zahl der speicherbaren Binärwörter und die Stellenzahl je Binärwort aufgebaut werden kann. Die Zahl von 96 Wörtern ergab sich aus der durch die Schrittmotorkonstruktion bedingten Zahl von 96 möglichen Blendenstellungen. Die Wahl von 14 Stellen für das gespeicherte Binärwort ergab sich aus folgender Überlegung:

Für die statistische Schwankung der dargestellten Intensitätsverteilung war ein Wert von <1 % gefordert, d.h. ein relativer Fehler $\delta_{rel} < 1$ %.

Wegen $\delta_{rel} = \frac{\delta}{\bar{n}} = \frac{\sqrt{\bar{n}}}{\bar{n}}$ gilt für die speicherbare Impulszahl $\bar{n}$:

$$\bar{n} > 10^4$$

Die maximale mit 13 bit darstellbare Zahl ist 8191, die mit 14 bit darstellbare 16 383. Daher wurden hier 14 bit als Wortlänge gewählt.

5. Anwendungen des Sicht-Systems

Im folgenden sollen nun an Hand einer Reihe von praktischen Beispielen die Anwendungsmöglichkeiten für das hier entwickelte Sicht-System erläutert werden.

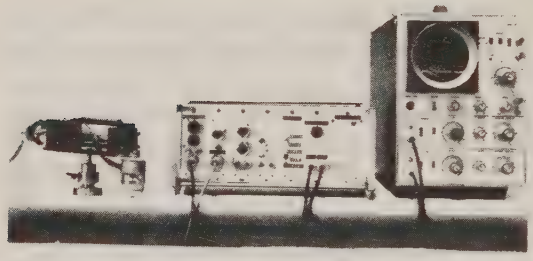


Abb.12 Geräteteil mit angeschlossenem Oszillographen

Die Darstellung der Intensitätsverteilungskurven erfolgte auf dem Bildschirm eines PHILIPS-Laboroszillographen vom Typ PM 3230 (Abb.12) mit 80 mm Schreibbreite. Die Registrierung der erhaltenen Darstellungen wurde mittels Kleinbild-Spiegelreflexkamera vorgenommen. Die bei den einzelnen Beispielen gezeigten Kurven wurden durch Rückvergrößerung auf die Schreibbreite von 80 mm gewonnen. Eine besondere Eichung der X-Ablenkung des Oszillographen (Ortsskala) war nicht erforderlich, da sich beim Rücksprung der Blende an der Steuerkurvenkante durch die dabei registrieten Photonen automatisch Ortsmarken ergeben, deren Abstand auf dem Bildschirm genau 96 Blendenschritten bzw. dem Hub der jeweils verwendeten Steuerkurve entspricht. Durch eine Erweiterung des elektronischen Teils wäre es allerdings auch leicht zu erreichen, daß, durch den Speicherumlauf gesteuert, ein Ortsraster in die oszillographische Darstellung eingeblendet wird.

Leider lassen die auf den nächsten Seiten gezeigten Abbildungen die Möglichkeiten, die in der Bildschirmdarstellung liegen, nur unvollkommen erkennen, da ja der besondere Wert des Systems gerade in der Beobachtbarkeit sich ändernder Intensitätsverteilungen liegt.

Bevor auf die einzelnen Beispiele eingegangen wird, sei noch kurz eine Bemerkung zur Genauigkeit der Ortsdarstellung gemacht. Diese wird vor allem durch die Konstanz der Ablenkgeschwindigkeit des Oszillographen bzw. durch die Linearitätsabweichung der Ablenkspannung (<5 %) bestimmt. Demgegenüber ist die Linearitätsabweichung der Steuerkurven und die Frequenzabweichung des Schiebetaktgenerators für den Umlaufspeicher (in beiden Fällen $<$ 1 %) zu vernachlässigen.

5.1. Justierung einer Kleinwinkelkammer nach KIESSIG

Abb.13 Kleinwinkelkammer

Als erstes Beispiel für den Einsatz des Systems sei die Justierung der in Abb.13 dargestellten Kleinwinkel-Apparatur (nach KIESSIG) beschrieben. Zunächst sei das Prinzip dieser Anordnung kurz an Hand von Abb.14 erläutert: Aus der vom Punktfokus einer Röntgenröhre ausgehenden Strahlung blenden die beiden Aperturblenden O_1 und O_2 (hier je zwei gekreuzte ZEISS-Präzisionsspalte) ein Primärstrahlenbündel geringer Divergenz aus, welches in der Beobachtungsebene den Bereich a (N-N') trifft. Die von den Kanten der Blende O_2 ausgehende Streustrahlung wird durch die Streustrahlenblende O_3 auf den Bereich b (D-D') beschränkt. Nur außerhalb

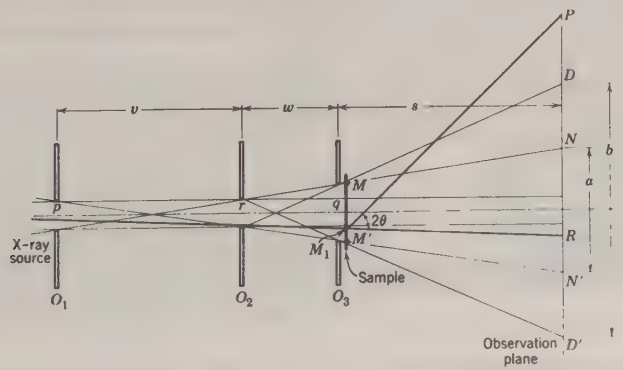


Fig. 22. Slit system for a small-angle scattering apparatus.

Abb.14 (aus /16/)

von b auftreffende, vom Präparat MM' durch Kleinwinkelstreuung erzeugte Strahlen (etwa M_1P) dürfen zur Auswertung des Beugungsbildes herangezogen werden. Zur Erzielung eines hohen Auflösungsvermögens müssen Querschnitt und Divergenz des Primärstrahlenbündels sowie Streustrahlungsbereich b möglichst klein gehalten werden. Bei gegebener Primärstrahlgeometrie ist

die Güte der Anordnung durch die Photonenstromdichte im Primärstrahlenbündel und die Größe des nutzbaren Beobachtungsbereiches (außerhalb von b) gegeben. Für die in Abb.13 dargestellte Kammer wurden von /15/ die folgenden, nach /16/ berechneten optimalen Kammerdaten angegeben:

p = o,2 mm, r = o,17 mm, q = o,25 mm, v = 2oo mm, w = 1oo mm, s = 3oo mm.

Zur Justierung der Kammer sind nun folgende Schritte erforderlich:

(1) Justieren der Höhen- und Seitenlage von O_1 und O_2 zur Erzielung eines zur optischen Bank parallelen Primärstrahlenbündels.
(2) Justieren der an der Röhrenhaube angebrachten Einstrahlblende auf optimale Intensität des Primärstrahlenbündels (maximale Intensität bei symmetrischer Verteilung).
(3) Einstellen der Werte von p, r, q, v und w (siehe oben).
(4) Justierung von O_3 auf Zentrierung und Öffnungsweite zum Abfangen der Streustrahlung.
(5) Justierung des vor der Beobachtungs- bzw. Filmebene anzubringenden Primärstrahlfängers innerhalb des Bereiches b.

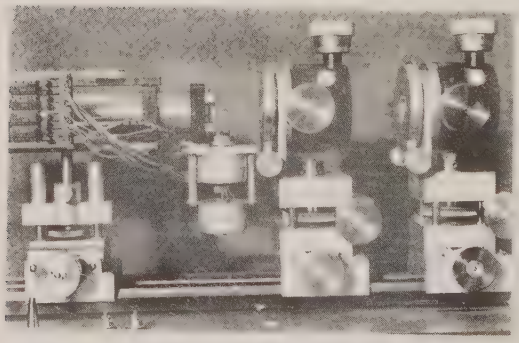


Abb.15 Justierung der Blenden O_1 und O_2

Zur Justierung von (1) wurde die Abtasteinrichtung mittels einer speziellen Haltevorrichtung in den Präparathalter-Schlitten der Kammer eingesetzt, so daß sie parallel zur optischen Bank verschoben werden konnte. Nach Einstellung des Blendenabstandes v wurde das Wandern des Primärstrahlprofil-Bildes auf dem Oszillographenschirm beim Verschieben der Sonde zwischen den beiden Extremstellungen 1 (Abtastkopf unmittelbar hinter Blende O_2) und 2 (Abtastkopf am Ende der optischen Bank) beobachtet. Durch Verstellen der Höhenlage von O_2 konnte erreicht werden, daß das Bild beim Verschieben der Sonde nicht mehr wanderte, der Primärstrahl in der vertikalen Ebene also parallel zur optischen Bank ausgerichtet war. Durch Schwenken des Abtastkopfes um 9o° erfolgte anschließend die horizontale Ausrichtung.

Die Abb.16a bis d zeigen jeweils Doppelbelichtungen von Schirmbildern in Stellung 1 und 2 als Beispiel für die horizontale Justierung. Bei den

Abb. a bis c wurde die Abtastung zur Grobjustierung mit einem Hub von 4 mm vorgenommen (bei c wurde zur besseren Erkennbarkeit der Intensitätsmaßstab der Verteilungskurve für Stellung 2 um den Faktor 2 gedehnt); man erkennt die Fortschritte in der Justierung. Zur Feineinstellung und Endkontrolle wurde in d die Abtastung mit 1 mm Hub vorgenommen.

Daten zu Abb.16a bis d: Einzelabtastung mit f = 2 Hz; Kreisblende mit d = o,12 mm Durchmesser. Aus der maximalen Impulszahl/Schritt $N_t \approx 4ooo$ ergibt sich eine maximale Photonenstromdichte im Primärstrahl bei 4o kV Anregungsspannung und 2o mA Röhrenstrom des Generators von etwa $1o^6$ Photonen/mm^2s; dieser Wert liegt in der zu erwartenden Größenordnung.

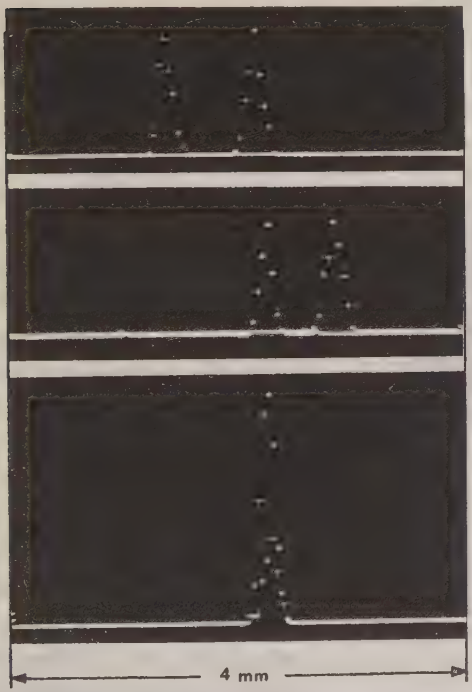


Abb.16a bis d

Bei einer Verschiebung der Sonde zwischen den Stellungen 1 und 2 um Δs = 3oo mm erhält man aus den Verschiebungen der Intensitätsverteilungskurven der Abb.a bis d Δa folgende Werte für die Abweichung der Primärstrahllage von der Parallelität zur optischen Bank $\Delta\alpha$:

	a [mm]	$\Delta\alpha$
a)	o,75	$2,5 \cdot 1o^{-3}$
b)	o,57	$1,9 \cdot 1o^{-3}$
c)	$< o,o5$	$< 1,7 \cdot 1o^{-4}$
d)	$< o,o1$	$< 3,3 \cdot 1o^{-5}$

Zwar ist im allgemeinen eine so gute Parallelität des Primärstrahls zur optischen Bank nicht erforderlich; das Beispiel sollte nur das hohe Auflösungsvermögen des Systems demonstrieren.

Aus Abb.16d ergibt sich eine Divergenz des Primärstrahlenbündels von $2 \cdot \Delta\alpha < 1 \cdot 1o^{-4}$

Nach Justierung der Einstrahlblende (S.25, Punkt 2) und Einstellung der oben aufgeführten Blendenabstände und Spaltbreiten wurde die Streustrahlenblende O_3 zentriert. Dazu wurde bei maximal geöffnetem Blendenspalt die Blende mit ihrem Feintrieb seitlich verschoben. Aus den beiden Stellungen, in denen jeweils eine Blendenkante gerade in den Primärstrahl eintauchte (Aufnahmeeinrichtung in Stellung 2), wurde die Mittellage ermittelt und eingestellt. Anschließend erfolgte Justierung in vertikaler Richtung. Die Zentrierung des Primärstrahlfängers wurde in gleicher Weise vorgenommen.

Abb.17 zeigt als Beispiel eine Kontrollaufnahme für die Justierung von Streustrahlenblende und Primärstrahlfänger. Dazu wurde in Sondenstellung 2 zunächst das Primärstrahlprofil registriert (Kurve A, Einzelabtastung); anschließend wurde bei unveränderter Sondenstellung der Primärstrahlfänger in die vorher ermittelte Position gebracht und die Intensitätsverteilung mit einer Integrationszeit von 2 Stunden aufgenommen (Kurve B).

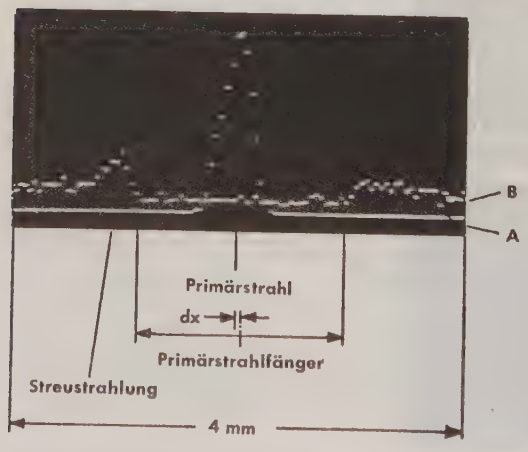


Abb. 17 Kontrolle von Streustrahlenblenden- und Primärstrahlfänger-Justierung

Die Abtastung erfolgte wiederum mit einer Kreisblende von d = o,12 mm. Man erkennt in Abb.17 die gute Zentrierung des Primärstrahlfängers mit einem Durchmesser von d_p = 2 mm relativ zum Primärstrahl. Die Mittenabweichung dx ist $< o,o5$ mm.

Aus den unsymmetrischen Flanken der Kurve B ergibt sich eine ungenügende Zentrierung der Streustrahlenblende. Andererseits ist zu erkennen, daß der durch die Streustrahlenblende abgeschirmte Bereich nur wenig außerhalb des Primärstrahlfängers beginnt, d.h. die Spaltbreite der Streustrahlenblende ist optimal gewählt.

Eine derartige Kontrolle der Justierung hätte bei der Verwendung einer photographischen Kontrollaufnahme eine Belichtungszeit von mehreren Stunden mit anschließender Verarbeitung und photometrischer Auswertung erforderlich gemacht. Das Sicht-System bringt hier merkbare Zeitersparnis bei ausreichender Genauigkeit der Ortsauflösung.

5.2. Justierung eines Monochromators

Als weiteres Anwendungsbeispiel für das Sicht-System sei die Justierung eines Präzisions-Quarzmonochromators nach dem Fokussierungsprinzip JOHANSSON behandelt. Dieser Monochromator arbeitet mit gebogenem, asymmetrisch angeschliffenem Kristall und erlaubt dadurch, bei geringem Abstand Röhrenbrennfleck-Kristall (A in Abb.18), d.h. großem Einstrahlwinkel und damit hoher Intensität, einen größeren Abstand Kristall-Fokallinie (B) und damit größere Röntgenkammern zu verwenden. Abb.18 zeigt den Monochromator K in Verbindung mit einer GUINIER-Doppelkammer.

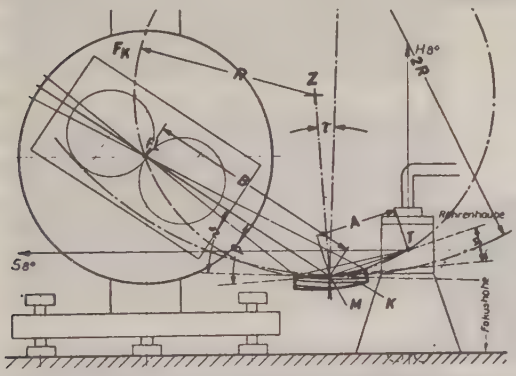


Abb.18 Monochromator mit GUINIER-Kammer

Zur Justierung des Monochromators in einer derartigen Anordnung sind nach /17/ folgende Einstellungen vorzunehmen:

(1) Einstellung des genauen Abstandes A (Brennfleck-Kristallmittelpunkt) und des Einstrahlwinkels α zur optimalen Ausnutzung der Kristallfläche.

(2) Einstellung des genauen Einstrahlwinkels α auf die Reflexion der $K_{\alpha 1}$-Strahlung in die Fokallinie.

(3) Einstellung der Mittel- und Austrittsblenden des Monochromators.

Die Anlage, an der der Monochromator eingesetzt war, hatte folgende Betriebsdaten: MÜLLER-Feinfokusröhre mit Cu-Anode, effektive Brennfleckgröße o,o4 x 8 mm (bei 6° Abstrahlwinkel); Betriebsspannung 4o kV, Röhrenstrom 2o mA. Monochromatortyp: AEG FMJs Cu 2oo.

Zur Justierung von (1) wurde die Sonde mit ihrer Abtastebene in einem Abstand D = 35o mm vom Kristallmittelpunkt aufgestellt (Abstand Kristallmittelpunkt-Fokallinie B = 21o mm laut Datenblatt). Abb.2oa zeigt die nach Justierung mittels Leuchtschirm (bisher übliche Methode) gewonnene Intensitätsverteilungskurve; in Abb.2ob ist die durch Nachjustieren unter Verwendung des Oszillographenbildes gewonnene verbesserte Einstellung dargestellt. Der breitere Kurvenverlauf zeigt, daß nun eine größere Kristallfläche ausgeleuchtet wird.

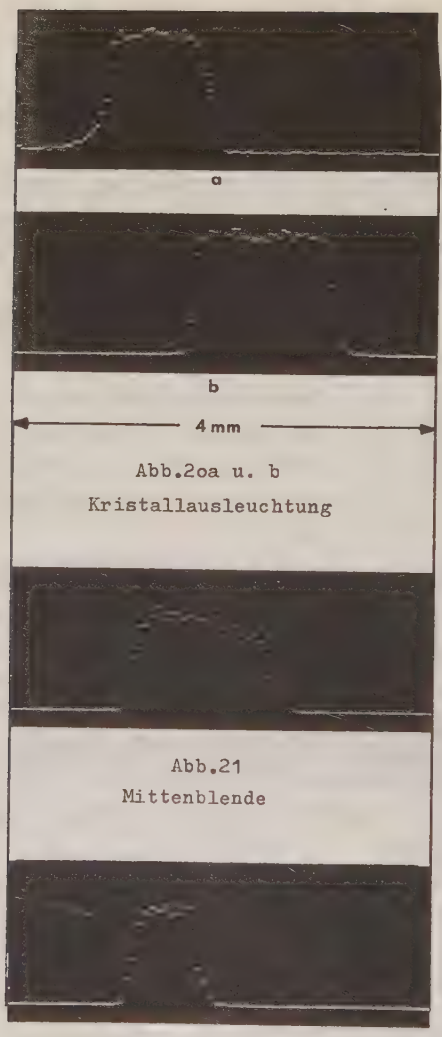


Abb.2oa u. b
Kristallausleuchtung

Abb.21
Mittenblende

Abb.22
Austrittsblende

In Abb.21 erkennt man den Einfluß der Mittenblende des Monochromators. Durch zu tiefe Stellung wird die auf die Randzone des Monochromators fallende Strahlung geschwächt; dadurch ergibt sich die unsymmetrische Intensitätsabnahme im reflektierten Strahlenbündel von Abb.21.

Abb.22 zeigt den Einfluß der zum Abfangen von Streustrahlung gedachten Austrittsblende; hier ist sie zu weit geschlossen und beschneidet das reflektierte Strahlenbündel. Auf dem Oszillographenschirm läßt sich leicht die Blendenstellung finden, bei der die Blende gerade knapp außerhalb des Strahlenbündels liegt.

Daten zu Abb. 2o, 21 und 22:

Strichblende o,15 x 1,o mm
Abtastfrequenz f = 1 Hz
Einzelabtastung
max. Impulszahl/Schritt (Abb.2ob) N_t = 18oo; dies entspricht einer max. Photonenstromdichte von etwa $1o^6$ Photonen/mm^2s (vergl. Tabelle I, S.3)

Zur Einstellung des genauen Einstrahlwinkels des Monochromators auf $K_{\alpha 1}$-Reflexion wurde die Abtasteinrichtung im Abstand B = 21o mm vom Kristalldrehpunkt, also in der Fokallinie angebracht. Die Abb.23a bis e zeigen die Veränderung des beobachteten Bildes beim Durchdrehen des Monochromators durch die Reflexionsstellung. Um eine gute Auflösung zu erhalten erfolgte hier die Abtastung bei 1 mm Hub mit einer 2o µm breiten Schlitzblende.

Abb.23a bis e
Monochromatorreflex in der Fokallinie

Daten zu Abb.23a bis e:

Abtasthub 1mm
Strichblende o,o2 x 5,o mm
Abtastfrequenz f = 1 Hz
a bis d: Einzelabtastung
e: Integration über 1o Abtastvorgänge

Abb.23a zeigt den Monochromatorkristall in einer Lage, in der überwiegend $K_{\alpha 2}$-Strahlung reflektiert wird. Das linke Nebenmaximum ist der $K_{\alpha 1}$-Reflex.

Beim Drehen des Kristalls erhält man zunächst Bild 23b; der $K_{\alpha 1}$-Reflex ist stärker geworden, $K_{\alpha 2}$ aber noch vorhanden.

In Abb.23c ist $K_{\alpha 2}$ nur noch schwach zu sehen. Bei weiterer Drehung wird schließlich nur noch $K_{\alpha 1}$ allein reflektiert; im Fuß ist allerdings noch eine leichte Unsymmetrie vorhanden, wie Abb.23e deutlich macht. Die Halbwertsbreite des Reflexes beträgt etwa o,o6 mm.

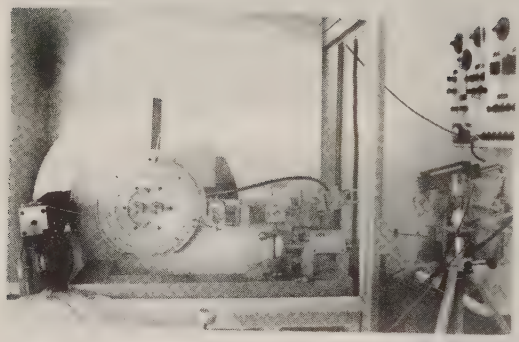


Abb.24 Monochromatorjustierung an einem GS-Diffraktometer

Abb.25 Monochromatorreflex

Aufnahmedaten:

Lochblende d = o,12 mm
Abtastfrequenz f = 1 Hz
Integration von 1o Abtastvorgängen

Erwähnt sei noch der in Abb.24 gezeigte Einsatz des Systems zur Monochromatorjustierung an einem gravitationssymmetrischen Diffraktometer der Firma SEIFERT zur Untersuchung von Flüssigkeiten und Schmelzen. Der Kristall-Monochromator wird hier auf der Detektorseite zur Ausblendung der K_α -Strahlung aus dem von der Probe reflektierten Strahlengemisch verwendet.

In der in Abb.24 zu erkennenden Stellung der Abtastvorrichtung (rechts am Bildrand) wurde die in Abb.25 dargestellte Verteilung registriert. Es handelt sich dabei um Mo-K_α- und Mo-K_β-reflexe. Durch Verdrehen des Kristalls läßt sich der K_β-Reflex eliminieren.

Wegen mangelnder mechanischer Stabilität des GS-Diffraktometers (Dejustierung des Monochromators bei Ab- und Anbau des zum Diffraktometer gehörenden Detektors) konnte die weitere Justierung nicht mit dem Sicht-System vorgenommen werden (siehe Kapitel 6.).

5.3. Darstellung von Weitwinkelreflexen

In diesem Abschnitt soll an zwei Beispielen die Möglichkeit der Darstellung von Weitwinkelreflexen gezeigt werden. Dabei soll speziell im ersten Beispiel die Bedeutung der durch den elektronischen Speicher gegebenen Informationssummierung demonstriert werden.

5.3.1. Flachkammer-Anordnung

In einer Flachkammer wurden an einer Probe aus verstrecktem Polyäthylen zwei Weitwinkelreflexe aufgenommen. Die Versuchsanordnung ist in Abb.26 skizziert.

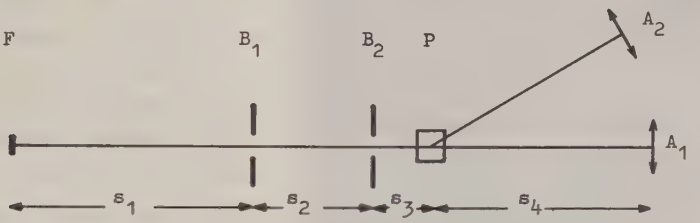


Abb.26 Schema der Flachkammer-Anordnung

Die Daten der Versuchsanordnung sind:

F Röhrenbrennfleck o,4 x o,4 mm Cu-Anode (4o kV, 2o mA)
B_1 Lochblende d_1 = o,8 mm Durchmesser
B_2 Lochblende d_2 = o,4 mm Durchmesser
P Präparat, stabförmig mit Querschnitt von 1,5 x 1,5 mm
A_1 Stellung der Abtastblende bei Aufnahme des Primärstrahls
A_2 " " der Reflexe
s_1 = 5o mm
s_2 = 25 mm
s_3 = 1o mm
s_4 = 5o mm

Der Abtasthub betrug in beiden Abtaststellungen h = 4 mm, die Abtastfrequenz f = o,8 Hz; die Abtastung erfolgte mit Kreisblende d = o,12 mm.

Abb.27 zeigt die Aufnahme des Primärstrahls (mit Präparat); Einzelabtastung, max. Impulszahl/Schritt N_t = 7 5oo; daraus ergibt sich die maximale Photonenstromdichte zu j_{max} = $5 \cdot 1o^7$ Photonen/mm^2s; Halbwertsbreite des Primärstrahls etwa 1 mm.

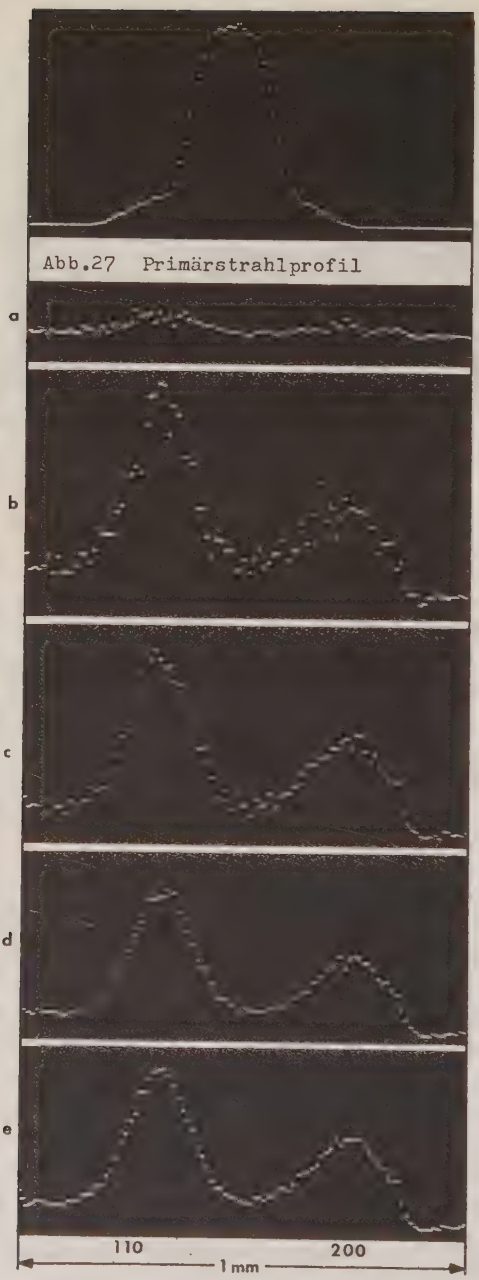


Abb.28 Weitwinkelreflexe von Polyäthylen (verstreckt)

Abb.28a bis e zeigt die Aufnahme der Reflexe in Stellung A_2. Die Zahl n der Abtastvorgänge, über die für die einzelnen Intensitätsverteilungskurven summiert wurde, ist jeweils neben den Bildern angegeben, ebenso die zur Darstellung des 11o-Reflex-Maximums verfügbare Impulszahl z. Die Abb. d und e sollen die Reproduzierbarkeit der erhaltenen Verteilung demonstrieren. Beide Kurven wurden durch Summation über je 2oo Abtastvorgänge gewonnen; die Aufnahmezeit dafür betrug T = 25o s.

Bei genügend langer Integrationszeit können mit dem System also gut auswertbare Reflexprofile aufgenommen werden, besonders bei Verwendung von Schlitzblenden (siehe Abschn.5.3.2.). Gegenüber der Profilaufnahme mit langsam bewegtem Detektor hat dieses Verfahren (Integration aus vielen Abtastvorgängen) den Vorteil, von Langzeitschwankungen der Apparatur unabhängig zu sein, da diese herausgemittelt werden bzw. jeden zu einer Blendenstellung gehörenden Meßwert in gleicher Weise beeinflussen.

5.3.2 Goniometer-Anordnung

Als weiteres Anwendungsbeispiel sei der Einsatz des Systems an einem Zweikreis-Goniometer der Firma SIEMENS erläutert. Die hier verwendete Anordnung zur Untersuchung der Elektronendichte in Kristallen besteht aus : Röntgenröhre mit Strichfokus (Cu-Anode, Brennfleckgröße o,4 x 1o mm), Präzisionsmonochromator mit ebenem Ge-Kristall (reflektierende Netzebene 111) M, einem Blendensystem B_1, B_2, B_3, dem zu untersuchenden Präparat P und dem Detektor bzw. Registrierfilm D (Abb.29) und ist mit ihren besonderen Eigenschaften bei /18/ beschrieben.

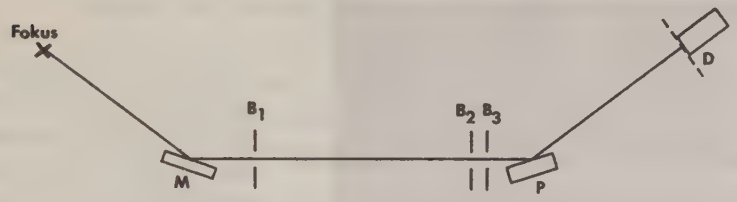


Abb.29 Goniometer-Anordnung (nach /18/)

Mittels der Blende B_2 kann aus der vom Monochromator reflektierten Strahlung der $K_{\alpha 2}$-Anteil ausgeblendet werden. Wie die Abb.3oa bis f zeigen, war diese Justierung mit Hilfe des Sichtsystems in wenigen Minuten durchführbar. Dazu wurde die Aufnahmeeinrichtung an Stelle des Goniometer-Detektors montiert und der vom Monochromator reflektierte Strahlquerschnitt abgetastet. Der Abtasthub betrug in allen Fällen 1 mm, die Blendenöffnung o,o2 x 5 mm. Während die Abb.a,c und d durch Einzelabtastung mit der Abtastfrequenz f = 1 Hz gewonnen wurden, wurde bei den Abb.b, e und f jeweils über 1oo Abtastvorgänge summiert. Abb.a zeigt die Cu-$K_{\alpha 1}$- und $K_{\alpha 2}$-Reflexe des Monochromators bei geöffneter Blende B_2; schon hier (bei Einzelabtastung) ist die gute Auflösung des Monochromators zu erkennen. Deutlich sieht man in Abb.b das Intensitätsverhältnis von $K_{\alpha 1}$- zu $K_{\alpha 2}$-Strahlung von 2:1. Für Abb.c wurde B_2 in den reflektierten Strahl geschoben; ein kleiner Anteil von $K_{\alpha 2}$ ist aber noch vorhanden. Dieser ist bei d völlig eliminiert, und die bei gleicher Blendeneinstellung durch Summation erhaltene Kurve zeigt eine gute Symmetrie des Reflexes. Betrachtet man sich aber durch Veränderung der Speicher-Handler-Zuordnung die Füße des Reflexes, so erkennt man ein leichtes Anschneiden des linken Fußes durch die Blende B_2.

Abb.3o Vom Monochromator reflektierte Strahlung

Abb.31 4oo-Reflex von LiF (Abtastparameter wie bei Abb.3o)

In Abb.31 a und b ist der 4oo-Reflex eines LiF-Kristalls mit dem Sicht-System aufgenommen worden; Kurve a entstand bei Einzelabtastung, b bei Summation über 2oo Abtastvorgänge (etwa 3 min Summationszeit). Bei b erkennt man deutlich die Unsymmetrie in den Reflexflanken. Eine derartige Kurve könnte bereits für quantitative Auswertung verwendet werden. Andererseits wäre durch Verringerung der Spaltbreite und Verkleinerung des Abtasthubes eine noch präzisere Aufnahme des Reflexprofils möglich.

Es sei hier noch erwähnt, daß die Verwendung eines extrem schmalen Blendenspaltes nur bei genauer Parallelausrichtung von Schwerelinie des Reflexes und Spalt sinnvoll ist; dies ist aber durch Beobachtung des Schirmbildes sehr leicht zu erreichen.

6. Ausbaumöglichkeiten für das System

Die Beispiele des vorangegangenen Kapitels haben gezeigt, daß das hier vorgestellte Röntgen-Sicht-System vor allem bei Justierarbeiten an Feinstruktur-Röntgenapparaturen in folgenden Punkten Vorteile gegenüber den bisher üblichen Verfahren bietet:

(1) Gegenüber der direkten Fluoreszenzschirm-Beobachtung bei ausreichend hohen Photonenstromdichten liefert das System eine um eine bis drei Größenordnungen bessere Ortsauflösung. Diese ist nur durch die Größe der verwendeten Blendenöffnung begrenzt; moderne Fertigungsverfahren - Laserstrahlbohren und chemisches Fräsen - erlauben die Herstellung derartiger Blenden bis hinunter zu wenigen µm Offnungsweite.

(2) Das System ist wegen der Möglichkeit der Informationsaddition auch in Bereichen sehr geringer Photonenstromdichten (siehe 5.1.) einsetzbar, wo bisher nur photographische Methoden verwendet werden konnten.

(3) Durch die Amplitudendarstellung der registrierten Photonenstromdichten sind kleinste Stromdichte-Unterschiede beobachtbar und objektiv meßbar.

Aus den bisherigen Untersuchungen ergeben sich nun allerdings auch eine Reihe von Punkten, in denen das System zu verbessern ist. Diese betreffen zum einen den elektronischen Teil, zum anderen die Aufnahmeeinrichtung.

Wünschenswert sind im elektronischen Teil: geeichte, stufenweise einstellbare Abtastfrequenzen und Vorwahlmöglichkeit für eine bestimmte Zahl von Additionen (für quantitative Vergleichsmessungen); Einbau der Bildröhre in den Geräteteil (kein Oszillograph erforderlich) und Schirmbildanzeige der eingestellten Abtastparameter zur Erleichterung der photographischen Registrierung und Auswertung; Möglichkeit der Datenausgabe auf Datenträger. Diese Punkte wurden bei einem zur Zeit in Entwicklung befindlichen zweiten Gerät bereits berücksichtigt.

Eine weitere, sehr bedeutsame Erweiterung des Systems wäre durch den Einbau von zwei oder auch mehr Hauptspeichern, deren Inhalt auf dem Bildschirm gleichzeitig zu beobachten ist, gegeben. Einerseits wäre es dadurch möglich, eine alte - in Speicher 1 registrierte - und eine neu (etwa nach Betätigung von Justierelementen) aufgenommene - in Speicher 2 registrierte -

Intensitätsverteilungskurve quantitativ miteinander vergleichen zu können. Zum anderen könnte dann auch eine weiterentwicklung der Abtasteinrichtung dahingehend vorgenommen werden, daß durch eine zweite, senkrecht zur Abtastrichtung verschobene Schlitzblende mehrere Strahlprofile in verschiedenen Höhen eines Strahlquerschnitts aufgenommen und zu Vergleichszwecken gleichzeitig auf dem Bildschirm dargestellt werden (z.B. Überprüfung der Parallelität von Blendenkanten u.ä.). Diese noch bis vor kurzem zu aufwendig erscheinende Möglichkeit ist jetzt mit modernen Halbleiterspeichern hoher Speicherdichte /13, 14/ ohne Schwierigkeiten zu verwirklichen.

Die praktische Erprobung der Aufnahmeeinrichtung zeigt, daß Größe bzw. Gewicht der Anordnung ihre Verwendbarkeit in einigen Fällen stark einschränken oder verbieten (siehe Abschn.5.2.). Die Möglichkeiten zur Verringerung der äußeren Abmessungen sind allerdings, bedingt vor allem durch den vom Photomultiplier beanspruchten Raum, beschränkt; zur Zeit befindet sich eine etwa um den Faktor 2 gegenüber dem hier verwendeten Typ verkleinerte Detektorsonde in Entwicklung.

Eine wesentliche Erweiterung des Einsatzbereiches von Sichtsystemen wäre mit Aufnahmeeinrichtungen kleinster Abmessungen, wie sie bisher jedoch nicht zur Verfügung stehen, möglich. Einige in jüngster Zeit bekanntgewordene Entwicklungen auf dem Gebiet der Festkörperphysik bzw. der Halbleitertechnik könnten unter Umständen für den Bau derartiger für Sicht-Systeme geeigneter Festkörper-Aufnahmeeinrichtungen interessant werden; darüber wird im Anhang berichtet.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird über die Entwicklung eines neuartigen Röntgen-Sicht-Systems und seine Anwendungen in der Kristallographie berichtet.

Das System besteht aus einer mechanisch arbeitenden Aufnahmeeinrichtung und einem elektronischen Geräteteil mit angeschlossenem Sichtgerät (z.B. Oszillograph).

Aufnahmeeinrichtung: Eine Kreis- oder Schlitzblende wird schrittweise vor einem großflächigen Szintillationsdetektor verschoben; dadurch wird der auszumessende Strahl periodisch in einer bestimmten Zahl von äquidistanten und genau reproduzierbaren Stellungen abgetastet. Abtastfrequenz, Blendenhub und Blendenöffnung sind unabhängig voneinander einstellbar.

Elektronischer Geräteteil: Die in den einzelnen Blendenstellungen vom Detektor registrierten Photonen erzeugen Signale, die nach Diskriminierung gezählt und in einem Umlaufspeicher gespeichert werden. Die gespeicherte Information wird ständig als Amplitudenkurve (Photonenstromdichte als Funktion des Blendenortes im abgetasteten Strahl) auf dem Bildschirm des Sichtgerätes dargestellt. Durch die Möglichkeit der Addition von in den einzelnen Blendenstellungen erhaltenen Informationen aus aufeinanderfolgenden Abtast-Vorgängen lassen sich die statistischen Schwankungen verringern. Damit ist das System neben seiner Funktion als Justierhilfe für Röntgen-Strahlengänge auch zur Aufnahme von Linien-Profilen verwendbar.

Nach Untersuchung der an Röntgen-Sicht-Systeme für die Kristallographie zu stellenden Bedingungen und einem Überblick über den derzeitigen Stand der Entwicklung auf diesem Gebiet werden die Besonderheiten eindimensionaler Strahlabtastung erörtert. Die daraus resultierende Konstruktion der Aufnahmeeinrichtung und des elektronischen Geräteteils wird beschrieben.

An Hand einer Reihe von praktischen Beispielen werden die Vorteile des Systems beim Einsatz auf dem Gebiet der Kristallographie erläutert: Justieren eines 3-Blenden-Systems einer Kleinwinkelkammer, Justieren eines gebogenen Kristall-Monochromators auf optimale Funktion, Justieren eines GS-Diffraktometers für Flüssigkeitsstruktur-Untersuchungen, Justierung eines Feinstrahls in einem Präzisionskristallgoniometer, Röntgenprofil-Registrierung an (11o)- und (2oo)-Reflexen von Polyäthylen,

Profilregistrierung an LiF (4oo-Reflex).

Bei diesen Beispielen wurden Abtastfrequenzen bis maximal 5 Hz, Blendenhübe von 1 mm und 4 mm - gerastert in jeweils 96 Schritte - und Blendenöffnungen von o,12 mm Durchmesser, sowie o,15 x 1 mm und o,o2 x 5 mm verwendet.

Abschließend wird über Möglichkeiten zum weiteren Ausbau des Systems berichtet.

Anhang

Entwicklungstendenzen bei Festkörper-Aufnahmeeinrichtungen

Im folgenden sollen einige Gesichtspunkte für die mögliche Entwicklung von Festkörperdetektoren zum Einsatz in Röntgen-Sicht-Systemen betrachtet werden, wie sie sich durch Entwicklungen auf dem Gebiet der Halbleiter-Technik in jüngster Zeit ergeben.

Dazu sei zunächst ein bereits bekannter Strahlungsdetektor, die Si-Zähldiode /19/ betrachtet. Bei diesen, in der Kernphysik und anderen Anwendungsgebieten mit hoher Photonenenergie weit verbreiteten Detektoren erzeugen einfallende Photonen Elektronen-Loch-Paare, die zur Aufladung der Diodenkapazität C_d, der Leitungskapazität C_l und der Eingangskapazität C_v des angeschlossenen Spannungsverstärkers und damit zur Erzeugung einer Signalspannung führen.

Bei niedrigen Photonenenergien, wie in dem uns hier interessierenden Gebiet der Röntgen-Feinstrukturuntersuchung, ist die Zahl der je einfallendem Photon entstehenden Ladungen so gering, daß zur Erzeugung von über dem Rauschpegel liegenden Nutzsignalen sehr hohe Photonenstromdichten erforderlich sind, die den Einsatz derartiger Zähldioden in punktweise abtastenden Sicht-Systemen verbieten.

Durch Verkleinerung der Diodenfläche und Übergang zu linearen oder flächigen Multidioden-Anordnungen mit voneinander isolierten Elementen läßt sich zwar die Kapazität einer einzelnen Diode stark verringern. Wegen des Überwiegens von C_l und C_v bleibt aber die Gesamtkapazität und damit die Grenze des noch nachweisbaren Photonenstroms praktisch unverändert. Darüber hinaus ist bereits bei einer aus nur wenigen Elementen bestehenden linearen Dioden-Anordnung die Verlegung und Unterbringung der Zuleitungen zu den einzelnen Dioden sehr problematisch.

Beim Si-Dioden-Vidicon, welches ein derartiges Multidioden-Target /27/ aufweist, umgeht man diese Schwierigkeiten, indem man die in den einzelnen Dioden gesammelten Informationen (Ladungen) durch einen das Target zeilenweise abtastenden Elektronenstrahl abfragt. Die dazu benötigte Elektronenquelle mit Fokussier- und Ablenkvorrichtungen bedingt aber eine bestimmte Minimalgröße einer solchen Aufnahmeröhre. Hier könnte nun möglicherweise die Entwicklung leistungsfähiger Festkörper-Elektronenquellen, über die im Oktober 1970 bei /20/ berichtet wurde, wesentliche Fortschritte bringen.

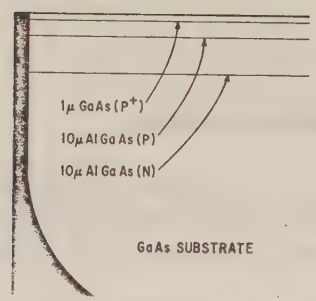


Abb.32 Prinzip einer Festkörper-Elektronenquelle

Die bei /2o/ beschriebene Elektronenquelle besteht aus einer Mehrschichtanordnung von unterschiedlich dotiertem GaAs (Abb.32). Durch Stromzufuhr werden in den unteren, als Leuchtdiode hoher Ausbeute wirkenden Schichten Photonen emittiert, die in der obersten p^+-Schicht absorbiert werden. Die dadurch in dieser Schicht ausgelösten Photoelektronen können durch eine spezielle Oberflächenschicht niedrigster Austrittsarbeit durch die Oberfläche austreten. Bei einer Verbesserung des Wirkungsgrades um den Faktor 1o könnte eine derartige Anordnung mit thermischen Kathoden konkurrenzfähig werden. Besonders interessant scheint nun die Möglichkeit, eine derartige Anordnung matrixartig ansteuern zu können, wie sie bei /2o/ angedeutet wird. Dadurch könnte die zum Fokussieren und Ablenken bei bisherigen Vidicon-Bauformen erforderliche Einrichtung entfallen. Der Aufbau einer einfachen Sandwich-Struktur aus Multidiodenplatte und abtastender Festkörper-Elektronenquelle könnte dann zu einer robusten und wegen der geringen Abmessungen sehr vielseitig einsetzbaren flächigen Aufnahmeeinrichtung führen (etwa zur simultanen Reflexaufnahme für Strukturuntersuchungen (siehe /9/)).

In eine andere Richtung könnten Entwicklungen auf dem Gebiet der sog. "selbstabtastenden" linearen Multidiodenanordnungen führen /21, 22/. Bei diesen bisher nur für den sichtbaren Bereich entwickelten Systemen ist auf dem die einzelnen Dioden tragenden Kristall parallel zur Diodenreihe ein Schieberegister sowie eine Reihe von FET-Schaltern untergebracht. Im Rhythmus eines anliegenden Taktsignals schaltet das Schieberegister nacheinander die einzelnen Schalter ein, wodurch die in den einzelnen Dioden gespeicherten Signale (Ladungen) nacheinander auf eine Sammelleitung ausgegeben werden. Es entfallen hier die Probleme der Leitungsanordnung und der hohen Leitungskapazitäten. Zur Zeit gibt es eine derartige Anordnung mit 48 Dioden; der Diodenabstand (von Mitte zu Mitte) beträgt o,125 mm. Die Empfindlichkeit dieser Bauelemente bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlung ist bisher nicht untersucht worden /23/. Für einen brauchbaren Einsatz auf diesem Gebiet dürften aber noch eine Reihe von Änderungen - z.B. der Diodendicke, der Oberflächen-Passivierungsschicht, der Strahlungsabschirmung von Schaltern und Schieberegister - erforderlich werden.

Eine dritte, äußerst interessante Möglichkeit für den Aufbau von Festkörper-Abtasteinrichtungen könnte sich unter Umständen durch die im April 1970 bekanntgewordene Entwicklung einer neuen Halbleiterstruktur, der sog. "CCD"-Anordnung (charge coupled device) ergeben /24, 25, 26/. Bei dieser neuartigen, nur aus einer Halbleiterschicht mit isolierender Deckschicht (etwa p-Si mit SiO_2-Deckschicht) und darauf aufgebrachtem Leitersystem bestehenden Anordnung können im Halbleiter (etwa durch Photoneneinfall) erzeugte Minoritätsladungsträger in örtlich begrenzten Potentialmulden gesammelt, durch Verschieben dieser Potentialmulden entlang der Kristalloberfläche transportiert und damit als Signal nach außen ausgegeben werden. Wegen des äußerst einfachen Aufbaus dieser Struktur, bei der die bei anderen Halbleiterbauelementen im allgemeinen innerhalb des Fertigungsprozesses erforderlichen Dotierungsschritte entfallen, und wegen der großen Freiheit in der Wahl geeigneter Halbleitermaterialien könnten hieraus Entwicklungen sehr preiswerter Detektoren für lineare - und eventuell auch flächige - Aufnahmeeinrichtungen für Röntgen-Sicht-Systeme resultieren.

Literaturverzeichnis

/1/ Clark, G.L.: Encyclopedia of X-Rays and Gamma Rays; Reinhold Publishing Corp., New York 1963, p. 504

/2/ Chikawa, J., Fujimoto, I.; Appl. Phys. Letters, 13, 387 (1968)

/3/ Chester, A.N., Loomis, T.C., Weiss, M.M.; Bell System Technical Journal 48, 345 (1969)

/4/ Bertin, E.P.; Analytical Chemistry, 25, 708 (1953)

/5/ Firmendruckschrift Rigaku Denki Co., Ltd.

/6/ Reifsnider, K., Green, R.E.; Rev. Sci. Instr., 39, 1651 (1968)

/7/ Lang, A.R., Reifsnider, K.; Appl. Phys. Letters,; 15, 258 (1969)

/8/ Meieran, E.S., Landre, J.K., O'Hara, S.; Appl. Phys. Letters, 14, 368 (1969)

/9/ Bradaczek, H.; Habilitationsschrift, FU Berlin

/10/ Fünfer, E., Neuert, H.; Zählrohre und Szintillationszähler; G.Braun, Karlsruhe 1959

/11/ Kment, V., Kuhn, A.; Technik des Messens radioaktiver Strahlung; Akad. Verl. Gesellsch., Leipzig 1960

/12/ Taylor/Parrish; Rev. Sci. Instr., 26, 367 (1955)

/13/ Electronics, 43, Oct.12, 1970, p. 177

/14/ Firmendruckschrift Intel Corp, Juli 1970

/15/ Wilke, W.; mündl. Mitteilung

/16/ Guinier, A., Fournet, G.; Small-Angle Scattering of X-Rays; J. Wiley a. Sons, Inc., New York 1955; p. 89

/17/ Bedienungsanweisung zur Guinier-Doppelkammer mit Präzisions-monochromator, AEG, 1964

/18/ Urban, J.; Dissertation FU Berlin 1970

/19/ Firmendruckschrift Siemens, 1968

/20/ Electronics; 43, Oct.12, 1970, p. 45

/21/ Fairchild Microwave and Optoelectronics FPA 600 Self Scanned Photodiode Array Application Notes, July 10, 1970

/ 22/ Electronics; 43, April 27, 1970, p. 41

/23/ Fairchild Optoelectronics Div., mündl. Mitteilung

/24/ Electronics,; 43, May 11, 1970, p. 112

/25/ Boyle, W.S., Smith, G.E.; Bell System Technical Journal, 49, 587 (1970)

/26/ Amelio, G.F., Tompsett, M.F., Smith, G.E.; Bell System Technical Journal, 49, 593 (1970)

/27/ Beadle, W.E., Schorr, A.J.; Bell System Technical Journal; 49, 921, (1970)

Die vorliegende Arbeit wurde am Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft in Berlin-Dahlem in der Abteilung von Herrn Prof.Dr.R. Hosemann angefertigt.

Herrn Prof.Hosemann danke ich deshalb besonders für seine Unterstützung bei der Durchführung dieser Arbeit.

Herrn Prof.Dr.H.Bradaczek möchte ich für die Anregung zu dieser Arbeit und viele nützliche Diskussionen danken.

Mein Dank gilt weiterhin meinen Mitarbeitern im Labor Prof.Hosemann, die mir die Möglichkeit zur Erprobung des Systems gaben.

Lebenslauf

1934 wurde ich am 7. Juni als Sohn des Reichsbahnwerkmeisters Rudolf Denzer und dessen Ehefrau Margarete, geb. Dalchow, in Berlin geboren. Bis

1946 besuchte ich verschiedene Grundschulen in Berlin, Taubnitz/Gumbinnen und Jägerndorf/Sudetengau, anschließend bis zum Abitur im Jahre

1953 eine Oberschule in Berlin-Neukölln. Im selben Jahr verlegte ich meinen Wohnsitz von Ost- nach Westberlin und absolvierte hier ein sechsmonatiges Praktikum bei den Deutschen Telefon Werken.

Im Herbst dieses Jahres begann ich das Studium der Elektrotechnik an der Technischen Universität Berlin.

1954 wechselte ich zur Fachrichtung Physik. Nach Werkstudententätigkeit bei den Firmen Siemens und AEG begann ich im Jahr

1960 mit Arbeiten auf dem Gebiet der Strahlungsdetektoren bei Prof. Dr.R.Hosemann am Fritz-Haber-Institut der Max Planck-Gesellschaft.

1964 wechselte ich zur Freien Universität Berlin und legte dort

1966 die Diplom-Vorprüfung in Physik ab. Seit

1967 unterrichte ich an einer Berufsfachschule für chemisch-technische Assistenten und arbeite seit

1968 bei Prof.Hosemann an meiner Dissertation